

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

Faculté des sciences appliquées

Département de génie chimique

QUANTIFICATION DE LA DISPERSION D'UNE CHARGE MINÉRALE ET  
D'UN POLYMÈRE EXTRUDÉS PAR LES RÉSEAUX DE NEURONES

maîtrise en sciences appliquées

Spécialité: génie chimique

---

Danielle Binet

## SOMMAIRE

L'ajout d'une charge minérale à un polymère améliore ses propriétés mécaniques. Celles-ci pourraient être encore meilleures si la dispersion de la charge dans le polymère était optimisée. La quantification de cette variable étant longue et fastidieuse, on utilise la technique de mesure par ultrasons développée à l'Institut des Matériaux Industriels pour ce faire. Cette technique avait déjà été utilisée pour la quantification de la fraction massique de charge minérale dans un polymère et a l'avantage de donner une réponse rapidement directement sur le procédé, en continu.

Une analyse basée sur la littérature a permis d'identifier des variables manipulées et mesurées potentiellement corrélables à la dispersion. Après avoir fait des essais sur une extrudeuse baxis de configuration de vis fixe, il fut impossible d'éliminer quelque variable que ce soit. Devant la complexité des relations présentes entre les variables, la dispersion fut modélisée par la technique des réseaux de neurones en utilisant en entrée, les variables manipulées, les variables mesurées puis l'ensemble de ces variables. Il fut également tenté d'obtenir à la fois une mesure de la dispersion et de la fraction massique de charge minérale dans le polymère à travers un même réseau de neurones.

Les résultats obtenus se sont avérés satisfaisants pour la dispersion seule à la sortie compte tenu de l'erreur expérimentale commise sur l'indice de dispersion. Pour tous les cas testés à deux sorties, les réseaux de neurones ne permettent pas d'obtenir d'aussi bons résultats. Pour compliquer les choses, il semble que les coefficients de performance utilisés, tirés des méthodes statistiques, soit les coefficients de corrélation et de Fisher (*stepwise regression*), ne permettent pas de statuer clairement et de façon fiable sur les performances des réseaux de neurones. Par contre, les écarts moyens et maximums pour les patrons d'entraînement et de validation semblent plus reproductibles.

En définitive, il est possible de quantifier la dispersion du carbonate de calcium (Camel CAL) dans du polypropylène (grade 6631) à l'aide des réseaux de neurones à condition que l'on ait une structure optimisée et à une sortie seulement. À prime abord, aucune raison ne pourrait empêcher cette même technique de fonctionner pour d'autres charges avec un polymère non-polaire. Dans l'éventualité de la conception d'un système de ce genre, il faudra tenir compte des énergies de caractérisation nécessaires à l'obtention d'une mesure de la dispersion en fonction de la précision désirée, du temps pour l'obtention de ces valeurs et des matériaux utilisés.

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier très sincèrement mes directeurs de thèse M. Bernard Marcos et Jean Lapointe pour leur support moral et financier. Je remercie très spécialement l'Institut des matériaux industriels à Boucherville, particulièrement Richard Gendron pour ses judicieux conseils et pour avoir accepté de superviser officiellement le déroulement des travaux réalisés. J'exprime ma reconnaissance profonde aux autres membres de l'IMI, tout particulièrement à Michel Dumoulin, Jaques Dufour, Hélène Roberge, Pierre Sammut, Bernard Gagné et Michel Thibodeau pour l'excellence du soutien technique fourni et pour leur gentillesse. Au personnel de l'université de Sherbrooke, particulièrement Pierre Magny, François Gitzopher, Peter Jones et Gervais Soucy pour leurs judicieux conseils et leur disponibilité, je tiens à dire merci. Je remercie également l'université de Sherbrooke pour le support financier.

Merci à mes collègues du GRACO (Groupe de Recherche sur les Applications Cognitives de l'Ordinateur) et du département de génie chimique pour l'atmosphère agréable, le sport et les blagues.

Le soutien moral a été particulièrement important pour moi au cours de cette maîtrise. Je suis reconnaissante à ma famille et à mes ami(e)s, dont le "cercle des mémorables soupers de filles" qui ont contribué à soutenir ma motivation et ont créé un environnement chaleureux autour de moi.

Je dédie ce mémoire à Stéphane en reconnaissance de ses encouragements, de son soutien et de ses conseils qui furent d'un secours inestimable et sans lesquels je n'aurais pu terminer.

Je remercie toutes ces personnes qui, par leur simplicité et leur joie de vivre, m'ont donné, peut-être sans le savoir, des "bizz d'énergie".

## TABLE DES MATIÈRES

1.	INTRODUCTION	1
2.	DISPERSION : NATURE ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION EN CONTINU	3
2.1	Nature de la dispersion	3
2.2	Techniques de caractérisation	5
2.2.1	Utilisation des ultrasons pour faire le suivi de la dispersion	7
2.3	Problématique	13
3.	EXPÉRIMENTATION	15
3.1	Procédé	15
3.1.1	Extrusion (simple et double-vis)	16
3.1.2	Matériaux utilisés	18
3.1.3	Identification des variables manipulées	19
3.1.4	Identification des variables mesurées	21
3.2	Plan d'expériences	22
3.2.1	Protocole expérimental	24
4.	CARACTÉRISATION	30
4.1	Concentration de $\text{CaCO}_3$ à la sortie	30
4.2	Mesures de la dispersion	30
4.2.1	Préparation des échantillons	31
4.2.2	Observations au microscope électronique à balayage	34
4.2.3	Analyse d'images	35
4.2.4	Définition et calcul de l'indice de dispersion	37
5.	RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES	39
5.1	Critique de la méthode et sources d'erreurs	39
5.1.1	Mesure des pressions	39
5.1.2	La température	39
5.1.3	Mesures ultrasonores prises au troisième écho	40
5.1.4	Résultats manquants	40
5.1.5	Dégradation	40
5.2	Concentration	41
5.2.1	Influence des paramètres d'opération	41
5.2.2	Relation de la concentration avec les variables mesurées	43



5.2.2.1	Les propriétés ultrasonores	43
5.2.2.2	Autres variables mesurées	43
5.3.	Dispersion	45
5.3.1.	Influence des paramètres d'opération	45
5.3.2	Relation entre la dispersion et les variables mesurées	47
5.3.2.1	Propriétés ultrasonores	47
5.3.2.2	Autres variables mesurées	48
5.4	Conclusion partielle	50
6.	LA MODÉLISATION PAR LES RÉSEAUX DE NEURONES	51
6.1	Les techniques de modélisation pour les systèmes non-linéaires	51
6.1.1	Les techniques de régression	51
6.1.2	Les techniques analytiques	51
6.1.3	Les techniques de l'intelligence artificielle	52
6.2	Les réseaux de neurones	54
6.2.1	Historique	54
6.2.2	L'apprentissage dans un réseau de neurones.	55
6.2.3	Structure des réseaux de neurones	56
6.3	Les réseaux de neurones et la technique ultrasonore	59
6.4	Problématique II	59
7.	MISE AU POINT DU RÉSEAU DE NEURONES	60
7.1	Choix des patrons d'entraînement et de validation	60
7.2	Choix de la structure des réseaux de neurones	60
7.3	Choix des autres paramètres des réseaux de neurones	65
7.4	Performance des réseaux de neurones	66
7.4.1	Réseaux de neurones ayant la fraction de charge réelle à la sortie	66
7.4.1.1	Influence des variables manipulées	66
7.4.1.2	Influence des variables mesurées	67
7.4.1.3	Résultats obtenus avec les variables manipulées et mesurées en entrée	68
7.4.1.4	Comparaison entre les résultats	68
7.4.2	Les réseaux de neurones ayant l'indice de dispersion à la sortie	69
7.4.2.1	Influence des variables manipulées	69
7.4.2.2	Influence des variables mesurées	70

7.4.2.3	Résultats obtenus avec les variables manipulées et mesurées en entrée	71
7.4.2.4	Comparaison entre les résultats obtenus	71
7.4.3	Réseaux de neurones ayant toutes les variables cibles en sortie	72
7.4.3.1	Influence des variables manipulées	72
7.4.3.2	Influence des variables mesurées	73
7.4.3.3	Résultats obtenus avec les variables manipulées et mesurées en entrée	74
7.4.3.4	Comparaison entre les résultats obtenus	75
7.4.4	Performances relatives	75
7.5	Conclusions	76
CONCLUSION GÉNÉRALE		79
BIBLIOGRAPHIE		80
Annexe A	Fiche technique pour la charge minérale utilisée	
Annexe B	Résultats des simulations de Monte-Carlo	
Annexe C	Données brutes et erreurs commises	
Annexe D	Principaux résultats préliminaires compilés	
Annexe E	Résultats de régression linéaire	
Annexe F	Fichiers d'entraînement et de validation pour les réseaux de neurones	
Annexe G	Recherche du nombre optimal de neurones cachés	
Annexe H	Graphiques des résultats obtenus avec les réseaux de neurones	
Annexe I	Critères statistiques calculés entre les valeurs mesurées et calculées par le réseau de neurones	

## LISTE DE FIGURES :

Figure 2-1	Schéma de la technique de mesure de la dispersion en ligne directe par lumière transmise telle que décrite par Mettlen [Mettlen 1989]	7
Figure 2-2	Schéma explicatif de la technique ultrasonore [Gendron et coll. 1994a]	10
Figure 2-3	Variations de l'atténuation (a) et de la vitesse ultrasonores (b) en fonction de la fraction massique de charge minérale obtenues par Gendron et colls [Gendron et coll. 1994a]	10
Figure 3-1	Schéma d'une extrudeuse [Beck 1970]	16
Figure 3-2	Comparaison entre les sens de rotation (a) co-rotatif et (b) contre-rotatif	16
Figure 3-3	Schéma de montage expérimental	25
Figure 3-4	Alimenteurs (a) Acrison pour l'alimentation des granules de PP (b) K-tron pour l'addition du carbonate de calcium	26
Figure 3-5	Photographie de (a) l'extrudeuse et (b) schéma de la configuration de vis utilisée	27
Figure 3-6	Filière de l'extrudeuse vue de face (photographie (a)) et vue de côté en coupe (b).	28
Figure 4-1	Courbe comparative des électrons secondaires ( $\delta$ ) et des électrons rétrodiffusés ( $\eta$ ) [Gitzopher 1994]	32
Figure 4-2	Images réalisées (a) avant les ajustements et (b) après les ajustements du contraste, de la brillance et du coefficient gamma	36
Figure 6.1	Neurone de base	55
Figure 6.2	Modèle de réseau de neurones	57

LISTE DES GRAPHIQUES :	20
Graphique 3-1 Temps de résidence moyens en fonction du débit et de la vitesse de rotation des vis	41 42
Graphique 5.1 Dégradation de la matrice (viscosité) en fonction des conditions d'opération	
Graphique 5.2 (a) Vitesse ultrasonore et (b) atténuation en fonction de la fraction massique de charge	45 47
Graphique 5.3 Relation entre le débit et l'indice de dispersion	49
Graphique 5.4 Relation entre la température et l'indice de dispersion	
Graphique 5.5a Relations existantes entre (a) l'atténuation, l'ampérage (b) vitesse ultrasonore et la pression de l'écoulement fondu, avec la dispersion du carbonate de calcium dans la phase majeure	49

## LEXIQUE

CaCO <sub>3</sub>	Abréviation utilisée pour désigner la charge minérale dont le nom est carbonate de calcium.
CPE	Abréviation utilisée pour désigner le chloropolyéthylène.
Dispersion	Le diamètre moyen des agglomérats d'une matière bien dispersée tend vers la valeur du diamètre moyen des particules élémentaires de cette même matière. Une matière mal dispersée contient des agglomérats dont les diamètres ont une grande valeur par rapport à la valeur des particules élémentaires.
Distribution	Une matière est bien distribuée dans une matrice quand un échantillon du matériau résultant est représentatif de n'importe quel échantillon de même dimension de ce même matériau.
En-ligne directe	Une technique de mesure en-ligne directe permet de mesurer en continu une caractéristique dans un processus sans échantillonner et sans détourner l'écoulement dont il mesure la caractéristique (traduction du terme anglais "in-line").
En-ligne indirecte	Une technique de mesure en-ligne indirecte permet de mesurer en continu une caractéristique dans un processus par détournement d'une partie de l'écoulement principal (traduction du terme anglais "on-line").
Interface	Surface de contact entre les particules agglomérées et le polymère.
LDPE	Abréviation utilisée pour désigner le polyéthylène basse densité.
Phase majeure	Nom utilisé pour désigner la composante d'un mélange qui est présent en plus grande proportion.
Phase mineure	Nom utilisé pour désigner la composante d'un mélange autre que la phase majeure.
Point optimal de convergence	Itération d'un réseau correspondant à la meilleure performance par rapport à un critère donné (dans le texte ce critère est SSR défini à la section 7).
Polydisperse	Signifie que le groupe de particules contient des particules de diamètres variés.
PP	Abréviation utilisée pour désigner le polypropylène.
Qualité du mélange	Terme relié à l'homogénéité d'un mélange. Une bonne qualité de mélange peut être l'une des qualités recherchées dans un produit.

Qualité du produit

La qualité du produit désigne l'ensemble des qualités qu'on désire retrouver dans un produit donné par exemple, dureté, ductilité, résistance à l'impact, stabilité thermique,... Ne pas confondre avec qualité du mélange.

Temps de résidence

Le temps de résidence d'une particule dans une zone désigne le temps compris entre l'admission d'une particule et sa sortie dans cette zone. Pour plusieurs particules, on parlera de distribution des temps de résidence.

## 1. INTRODUCTION

L'ajout d'une charge minérale à un polymère améliore ses propriétés mécaniques. Cet additif est également utilisé pour opacifier le polymère et pour en diminuer le coût [Maiti et coll. 1991, Mitsuishi et coll. 1985, Vollenberg et Heikens 1990, Levita et coll. 1989, Riley et coll. 1990, Wang 1994, Pukanszky 1992 et Kurher 1993]. Plusieurs de ces auteurs ont démontré l'existence de liens entre les résultats aux tests d'impact et en tension, d'une part, et la concentration de particules inorganiques dans une matrice de polymère, d'autre part. Ces propriétés mécaniques pourraient être améliorées davantage si la *dispersion*<sup>1</sup> de la charge minérale dans la matrice de polymère était améliorée [Riley et coll, 1990]. Cependant, la quantification de cette variable doit être faite en laboratoire ce qui est long, fastidieux et peu économique, donc inapplicable au contrôle d'un procédé en continu. Certaines techniques en-ligne dont quelques-unes *en-ligne directe* ont récemment été suggérées pour ce type d'application, par exemple, la technique de mesures par ultrasons dont il sera question tout au long de ce mémoire. En outre, cette technique est sensible aux fluctuations de la concentration de charge minérale. Si les relations entre les mesures en-ligne et les variables cibles (dispersion et charge réelle) étaient connues, ces mesures pourraient être intégrées au contrôle du procédé de mélange. Un produit plus performant serait ainsi obtenu avec des conditions d'opération mieux adaptées. Puisque les relations entre les mesures ultrasonores (atténuation et vitesse) et les variables cibles sont difficiles à analyser, la technique des réseaux de neurones a été retenue comme outil de modélisation.

En premier lieu, il convient de vérifier si la technique de mesures ultrasonores impliquant l'atténuation et la vitesse ultrasonore est sensible à la dispersion et à la fraction massique de charge minérale dans le polymère. Si ces paramètres sont sensibles à la dispersion et à la concentration d'une charge minérale dans le polymère, si les variables mesurées choisies sont suffisantes pour établir un modèle et si les conditions d'opération choisies permettent une variation assez large des paramètres d'intérêt, alors il devrait être possible d'établir un modèle en utilisant les réseaux de neurones. C'est cette idée qui sous-tend l'ensemble de la thèse et les prémisses de ce raisonnement servent de ligne directrice pour la première partie du mémoire. La revue de la littérature insiste sur la nature de la dispersion et sur les techniques de mesure permettant de la quantifier. Vient ensuite le protocole expérimental contenant les hypothèses émises et les choix effectués. Ces derniers permettent d'induire une variation significative au

---

<sup>1</sup> Les termes définis dans le lexique sont écrits en italique lorsqu'on les rencontre pour la première fois dans le texte.

niveau des variables cibles et de détecter ces changements à travers les mesures ultrasonores. Puis, on exposera en détail les règles suivies et les méthodes employées pour mesurer la dispersion et la concentration de charge réelle dans le plastique. Les résultats démontrant l'existence d'un lien entre certaines variables mesurées, dont l'atténuation et la vitesse ultrasonore, terminent la première partie.

Dans la seconde partie, les réseaux de neurones seront utilisés pour simuler une réponse des variables cibles, la dispersion et la concentration de charge minérale dans un polymère, en ayant pour intrants des variables mesurées dont certaines mesures ultrasonores (atténuation et vitesse). L'obtention d'un modèle devrait permettre d'augmenter les bénéfices de la technique de mesure par ultrasons. Pour en arriver là, différentes techniques de modélisation sont expliquées. Ensuite, la structure du réseau de neurones est présentée puisque c'est la technique de modélisation retenue. Enfin, une analyse des résultats permet de rencontrer les objectifs des travaux effectués.



## 2. DISPERSION : NATURE ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION EN CONTINU

Afin d'identifier les variables pouvant affecter la dispersion, il convient de bien en comprendre la nature. Puisque toute modification de celle-ci passe par le mécanisme de mélange de manière plus générale, on s'y attardera donc. Enfin, on verra une technique prometteuse pour mesurer la valeur de la dispersion et ce, directement sur un procédé en continu.

### 2.1 Nature de la dispersion

Les années soixante ont marqué le développement des polymères renforcés de charges minérales. Lorsqu'on incorpore une charge minérale dans un polymère, on obtient un système à deux phases : une matrice (le polymère) et une phase dispersée (la charge minérale). On peut distinguer deux caractéristiques des mélanges : la *distribution* et la *dispersion* [Biggio 1994, Kalyon et coll. 1988, Bolen et Colwell 1958, Boluk et coll. 1989, Ess et Hornsby 1986]. Les deux phénomènes coexistent. La *distribution* consiste à améliorer la distribution spatiale de la *phase mineure* de la matrice sans que la grandeur des agglomérats ne change. La *dispersion* consiste à diminuer la taille des agglomérats de la phase mineure (ou phase dispersée). C'est donc de la dispersion qu'il s'agira tout au long du présent mémoire.

Le mécanisme de mélange proposé dans la littérature [Boluk et coll. 1989, Ess et Hornsby 1987] comprend trois (3) étapes :

- 1) Tout d'abord, les particules se mouillent dans l'écoulement fondu;
- 2) ensuite, les agglomérats se brisent en raison du cisaillement;
- 3) enfin, les nouvelles surfaces formées sont mouillées et les particules se distribuent à travers la matrice.

Des forces dominantes régissent chacune de ces étapes. L'hypothèse de départ de cette théorie implique que les agglomérats sont présents dès le départ et sont brisés en conséquence du malaxage.

#### a) Étape 1 :

Lors de la première étape, les interactions polymère/particule prédominent. Les forces de Van der Waals favorisent la dispersion en influençant le mouillage et l'adhésion à l'interface polymère/particule. Les forces non-dispersives quant à elles, influencent fortement le mouillage et ainsi l'adhésion polymère/particules. On les associe parfois aux acides ou aux bases ce qui explique pourquoi certains

auteurs essaient de relier la dispersion à un critère d'acido-basicité (le concept de Drago modifié [Boluk et coll. 1989]). Si la charge et la matrice sont compatibles (matrice polaire), cette étape devrait être avantagée. Cependant, il existe beaucoup d'applications à base de matrices non-polaires pour lesquelles la dispersion ne dépend que des interactions particule/particule. Par conséquent, les forces dispersives ou permettant un bon mouillage ne sont pas dominantes. Un mouillage parfait signifie une dispersion parfaite mais en pratique, cet état est bien peu probable étant donné qu'il existe aussi des interactions entre les particules. En réalité, c'est à cette étape-ci que les gros agglomérats sont le plus facilement brisés puisque les interactions polymère/particule prédominent, mais ils diminuent moins vite en taille que les petits.

#### b) Étape 2 :

À la seconde étape, ce sont plutôt les interactions particule/particule dominées par les forces de cohésion qui interviennent [Boluk et coll. 1989, Ess et coll. 1987]. Dépendamment de la polarité de la matrice, les forces de Van der Waals entrent également en jeu dans les interactions particule/particule. La présence de statique et l'absorption d'eau entraînent la formation de ponts hydrogènes (environ 4 fois plus forts que les liens de Van der Waals) ou de ponts solides ou chimiques qui engendrent la compaction de la phase mineure. Cette cohésion entre les particules peut être contrecarrée en grande partie par l'effet du cisaillement. Une augmentation de celui-ci permet une meilleure dispersion, c'est pourquoi on évalue très fréquemment le cisaillement afin d'obtenir une mesure indirecte de la dispersion. La contrainte critique et l'érosion progressive des agglomérats ("the onion model") sont deux mécanismes qui dominent cette étape.

En 1958, Bolen et Colwell [Bolen et Colwell 1958] démontrent qu'une contrainte critique provoque la rupture des agglomérats. En fait, il se développe une contrainte de cisaillement dans la phase continue (la matrice) qui contribue à casser les agglomérats de la phase dispersée (la charge). Cette rupture survient seulement lorsqu'une contrainte critique (ou seuil) est atteinte. Par conséquent, le nombre des particules augmente et leur taille diminue. Ces deux derniers paramètres et la valeur de la contrainte de cisaillement valident la théorie.

En 1985, Shiga et Furuta [Shiga et Furuta 1985] étudient le mécanisme de l'érosion progressive des agglomérats sous l'effet du cisaillement, un phénomène comparable à un oignon qui perdrait une à une ses pelures. Dans ce cas-ci, on définit un paramètre de dispersion, qui est relié au diamètre des agglomérats ayant subi l'érosion (état final), à la contrainte de cisaillement et à l'attraction entre les

particules (forces de cohésion). Les résultats obtenus sont cohérents avec les changements dans la résistivité du mélange.

En 1990, Rwei et Manas-Zloczower [Rwei et coll. 1990] comparent ces deux mécanismes à travers des essais sur le noir de carbone. Ils observent l'évolution de la dispersion en déposant sur une plaque des agglomérats de noir de carbone préformés, pour leurs faire subir un certain niveau de cisaillement grâce à un cône rotatif. Le rapport des forces appliquées sur les forces de cohésion est utilisé pour prédire le degré de dispersion. Ainsi, les auteurs démontrent que la valeur de la contrainte nécessaire pour provoquer la rupture des agglomérats (processus ponctuel) dépasse celle requise pour l'érosion des agglomérats (processus continu). Cependant, les deux phénomènes coexistent.

### c) Étape 3 :

La troisième étape du processus de mélange met en jeu les caractéristiques rhéologiques de la matrice. En fait, ces caractéristiques interviennent dans le mouillage des nouvelles surfaces formées et leur distribution spatiale à travers le polymère fondu [Biggio 1994, Boluk et coll. 1989].

Ainsi, ces trois étapes constituent le processus de mélange au complet. Les deux premières étapes sont cruciales pour la dispersion. La dernière contribue plutôt à la distribution de la phase mineure dans la matrice. Il est important de noter que les interactions présentées à chacune des étapes sont présentes tout au long du processus. Par exemple, dans certains cas, les forces de Van der Waals agissent comme des forces dispersives à cause d'une bonne interaction polymère/particule et, dans d'autres, comme non-dispersives à cause d'une meilleure adhésion entre les particules. À partir de ceci, on peut se demander quelles sont les variables qui pourraient avoir un effet significatif sur la dispersion finale. De là, on pourra davantage identifier les variables d'opération, ainsi que les caractéristiques du matériau et du procédé qui seront importantes.

## **2.2 Techniques de caractérisation**

On distingue deux types de mesures : en laboratoire et en ligne. Les méthodes en laboratoire sont très variées. Des techniques permettent d'obtenir une quantification très exacte de la valeur de la dispersion par la mesure de diamètres des agglomérats sur des images obtenues par le truchement des techniques comme la microscopie optique ou électronique couplée à l'analyse d'image [Shiga et Furuta 1985, Hornsby 1988, Kalyon et coll. 1989a, Ess et Hornsby 1986] ou encore par la mesure des stries formées par un pigment ou une charge minérale mêlée à un polymère. D'autres techniques en laboratoire donnent un indice de l'état de la dispersion. Les valeurs obtenues sont ainsi corrélées avec des mesures plus

exactes de la dispersion. On compte parmi celles-ci la diffraction de rayon X, certaines techniques par infrarouges, l'absorbance (suivant la plage de validité de la loi de Lambert Beer's [Suchanek 1983]), certaines propriétés mécaniques (tests d'impact et force en tension) et la résistivité électrique [Ess et Hornsby 1986]. La qualité d'un mélange s'exprime également par la mesure des temps de résidence (un plus grand temps de mélange améliorerait la dispersion), le rapport des forces appliquées sur les forces de cohésion (calculées à partir de la viscosité, de certaines caractéristiques des particules employées et du cisaillement [Rwei et coll. 1990]) et du taux de cisaillement seul (ou tout ce qui le mesure comme le torque imposé à la vis d'une extrudeuse ou l'énergie fournie au procédé [Boluk et coll.1989]). La quantification des interactions particule/particule s'effectue en mesurant de différentes façons la force nécessaire pour séparer les agglomérats en laboratoire et ce, préalablement au mélange de cette charge minérale avec le polymère. Les désavantages des méthodes en laboratoire résident dans les délais qui empêchent le contrôle automatique du procédé et dans les variations problématiques pouvant survenir entre deux échantillonnages.

Les désavantages reliés aux méthodes en laboratoire sont éliminés en utilisant les méthodes de caractérisation *en-ligne directes et indirectes*. Les techniques en-ligne indirectes impliquent un détournement d'une partie de l'écoulement. En conséquence, on note une perturbation de ce dernier. Ceci implique également que des problèmes peuvent surgir dans l'écoulement non-détourné alors que rien n'y paraîtrait dans l'écoulement où sont prises les mesures. Aussi, on s'intéressera aux techniques en ligne directe permettant de mesurer l'écoulement au complet. Une seule technique en ligne directe donnant une réponse exacte de la dispersion a été dénombrée lors de la revue de la littérature [Mettlen 1989]. Elle consiste à placer une fenêtre juste avant la filière d'extrusion. On enregistre, en lumière transmise, une image qui est immédiatement traitée par un logiciel d'analyse conçu à cette fin. On peut ainsi détecter des différences de viscosité ("gels"), les agglomérats dans les polymères faiblement chargés et les autres particules dans l'écoulement fondu (voir figure 2-1). Malgré le grand potentiel de cette méthode, elle devient vite inefficace quand on ajoute au polymère une quantité de charge minérale suffisante pour rendre le mélange opaque. La difficulté d'analyse croît donc avec la quantité de particules, ce qui constitue un problème majeur.

Certaines méthodes qualitatives simples incluent la comparaison avec des échantillons étalons comme l'observation de la couleur, de stries<sup>1</sup> ou d'agglomérats visibles, de la rugosité de surface. Enfin, il existe d'autres méthodes en-ligne dont les mesures pourraient être corrélées avec celles de la dispersion comme

---

<sup>1</sup> L'observation qualitative de stries diffère de la technique en laboratoire précédemment citée par le fait que la première permet de voir les défauts macroscopiques du matériau alors que la seconde, pouvant être quantitative, permet d'en voir les défauts microscopiques à l'aide d'appareils prévus à cet effet, tels les microscopes optiques ou électroniques.

certaines techniques par infrarouges et celle dont il s'agira tout au long de ce mémoire : la technique de mesures par ultrasons.

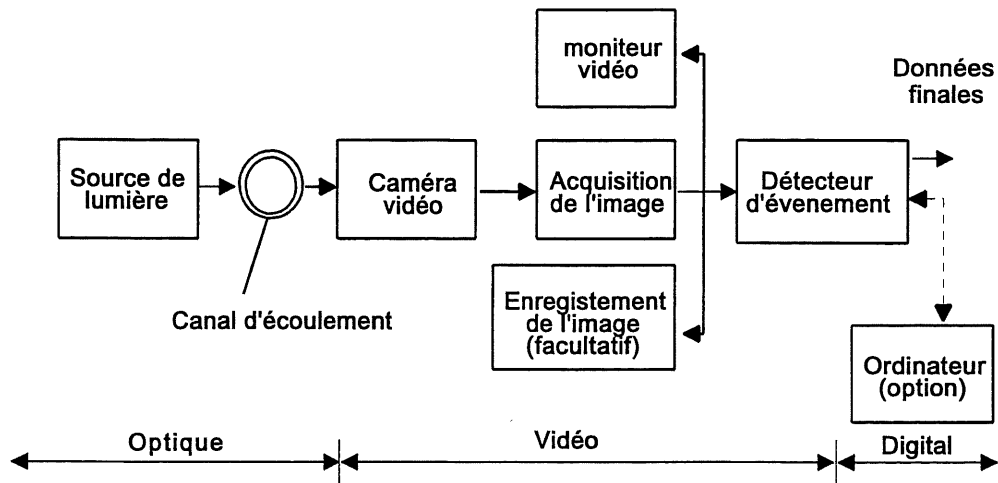


Figure 2-1 : Schéma de la technique de mesure de la dispersion en ligne directe par lumière transmise telle que décrite par Mettlen [Mettlen 1989].

### 2.2.1 Utilisation des ultrasons pour faire le suivi de la dispersion

Selon Erwin et Donher, tout système de mesure de la dispersion devrait posséder les caractéristiques suivantes [Erwin et Donher 1984] : il doit permettre de mesurer une grande variété de matériaux tant opaques, conducteurs que l'inverse, donner une réponse rapide et fiable. La technique ultrasonore répond à ces objectifs. La technique permet de faire des mesures sur une grande variété de matériaux (flexibilité), la seule contrainte étant la continuité de la matière. L'instrumentation nécessaire est simple (fiabilité). En outre, les capteurs ultrasonores pourront être placés de manière à ne pas nuire à l'écoulement et ce, à peu de frais. De plus, le délai d'acquisition est court et la mesure des propriétés à travers le polymère fondu est de l'ordre de la seconde (rapidité). Cette méthode a donc été retenue pour mesurer la dispersion [Bridge et Cheng 1987].

Puisqu'elle est sensible aux détails structuraux et à l'agitation thermique [Dufresne et coll. 1994], la technique ultrasonore semble prometteuse pour de nombreuses applications dans le domaine des polymères : détermination de la viscosité, suivi de la dégradation d'un polymère [Gendron et coll. 1992b], évaluation du module d'élasticité [Piché et coll. 1987], quantification des temps de résidence [Gendron et coll. 1994b], pour ne nommer que celles-là. Afin de montrer comment elle peut mesurer la dispersion, on expliquera le comportement des ondes ultrasonores dans le polymère chargé.

En 1984, Erwin et Donher montrent que la dispersion d'une charge minérale dans un polymère peut être mesurée à l'aide d'une technique de mesures ultrasonores focalisées sur une zone restreinte d'un écoulement [Erwin et Donher 1984]. Plus tard, en 1987, Bridge et Cheng démontrent qu'une technique semblable mais à ultrasons non-focalisés (mesure d'un plus grand volume) permet de mesurer la fraction de charge minérale contenue dans le polymère [Bridge et Cheng 1987]. Les méthodes utilisées dans les deux cas présentent de légères différences. Puis, l'Institut des matériaux industriels (IMI) du Conseil National de Recherche du Canada a développé une technique de mesures ultrasonore qui serait sensible, entre autres, à la dispersion<sup>2</sup> et à la fraction de charge minérale dans un polymère [Gendron et coll. 1991b, 1992a, 1993b, 1994a, Erwin et Donher 1984, Dufresne et coll. 1994].

En premier lieu, le type d'onde qui permettra de faire les mesures doit être déterminé. Erwin et Donher ont comparé le potentiel des ondes électromagnétiques et des ondes mécaniques à fournir des informations sur l'homogénéité et la dispersion d'une charge dans un polymère. D'après leur analyse, l'onde mécanique plane longitudinale s'est avérée être le bon choix pour ce type d'application. Les ondes longitudinales transmises donnent des échos à ondes longitudinales dominantes. Ce sont ces dernières qui permettraient de mesurer l'homogénéité et la dispersion. De fait, quand le mélange est mauvais, des perturbations de la densité ou de la compressibilité surviennent (voir équation 2-1), ce qui a un effet sur l'amplitude et la vitesse de l'onde ultrasonore. Pour un mélange parfait, aucun effet n'est observé. Selon Dufresne et coll. la vitesse ultrasonore longitudinale ( $V_{us}$ ) est définie comme suit :

$$V_{us} = \sqrt{\frac{K+4G/3}{\rho}} \quad (2-1)$$

où  $K+4G/3$  est le module longitudinal ( $K$  est le module de compressibilité;  $G$ , le module en cisaillement) qui sert à décrire le comportement élastique et  $\rho$  est la masse volumique.

L'onde envoyée est dans la gamme des hautes fréquences. En les utilisant, les déformations qui surviennent sont microscopiques (de l'ordre du micron). Aussi, peu d'artéfacts sont produits lors des mesures. En fait, les ultrasons sondent les détails associés à la mobilité des unités élémentaires des chaînes de polymères [Dufresne et coll. 1994]. On recommande de travailler sur la plage de 0.5-20MHz [Gendron et coll. 1994a] pour les ultrasons non-focalisés ou de 1-10MHz pour les ultrasons focalisés [Erwin et coll. 1984]. De bons résultats furent obtenus avec 5 MHz [Gendron et coll. 1994a, Dufresne et

---

<sup>2</sup> Bien qu'aucune corrélation n'ait été établie, certains travaux effectués par les chercheurs de l'Institut des matériaux industriels à Boucherville sur le polypropylène contenant du  $\text{CaCO}_3$  traité dans certains cas et non-traité dans d'autres, en plus des travaux de Erwin et Donher, montreraient cette tendance [Gendron et coll. 1992a, 1993b, Erwin et Donher 1984].

coll. 1994] et c'est donc cette longueur d'onde qui sera utilisée. La fréquence de l'onde incidente est en forte relation avec la résolution désirée ou le seuil de détection.

Le système employé est le même que celui décrit par Dufresne et coll. Pour bien discriminer entre l'onde incidente et les échos, on envoie le signal ultrasonore en mode impulsionnel à une fréquence de 100 Hz. Les signaux transmis aux récepteurs sont envoyés à un amplificateur large bande connecté à un digitaliseur rapide (100 MHz). Ces signaux numérisés sont ensuite traités par un ordinateur qui calcule la vitesse ultrasonore et l'atténuation par des techniques de transformée de Fourier et d'autocorrélation [Dufresne et coll. 1994].

La figure 2-2a représente le schéma d'une filière instrumentée qui est basée sur les expériences précédemment mentionnées sur les ultrasons. Le montage est constitué de deux sondes ultrasonores identiques jouant les rôles d'émetteur et de capteur. L'émetteur envoie une onde mécanique plane longitudinale à travers le matériau. Celle-ci est transmise dans le matériau et réfléchi sur les parois. Cette onde est atténuée par le passage de la surface métallique à celle du polymère, par le polymère lui-même (équation 2-2) et par la présence de discontinuités dans le matériau comme des pores ou des agglomérats. Son trajet peut être affecté par absorption et par dispersion de l'onde incidente.

$$\alpha_{PP} = \frac{(\eta_{us}\omega^2)}{2\rho V_{us}^3} \quad (2-2)$$

$\eta_{us}$  : viscosité résultante à la fréquence ultrasonore longitudinale;  
 $\omega$  : fréquence angulaire de l'onde ultrasonore ( $\omega = 2\pi f$ );  
 $\alpha_{PP}$  : atténuation du polymère pur.

Deux types de mécanismes d'atténuation sont possibles pour les systèmes chargés. Le premier est associé à l'inertie de la particule. Il est observé quand la longueur d'onde est à-peu-près équivalente au diamètre de l'agglomérat ou de la particule. Deuxièmement, des pertes visqueuses surviennent en raison du déplacement des particules lorsqu'elles sont frappées par des ondes. Ce deuxième mécanisme prévaut pour des tailles de particules beaucoup plus petites que l'onde envoyée [Dufresne et coll. 1994].

La figure 2-2b résume la manière dont sont calculées l'atténuation et la vitesse ultrasonores. L'onde traverse la distance (e) de l'écoulement. Un premier signal  $A_1$  est reçu. L'onde est ensuite réfléchi sur la paroi du canal d'écoulement puis est retransmise à travers le matériau; une partie de l'onde est réfléchi et retransmise à nouveau et on capte un autre signal  $A_2$ . On définit ainsi l'atténuation telle qu'indiquée aux équations 2-3a et b [Dufresne et coll. 1994].

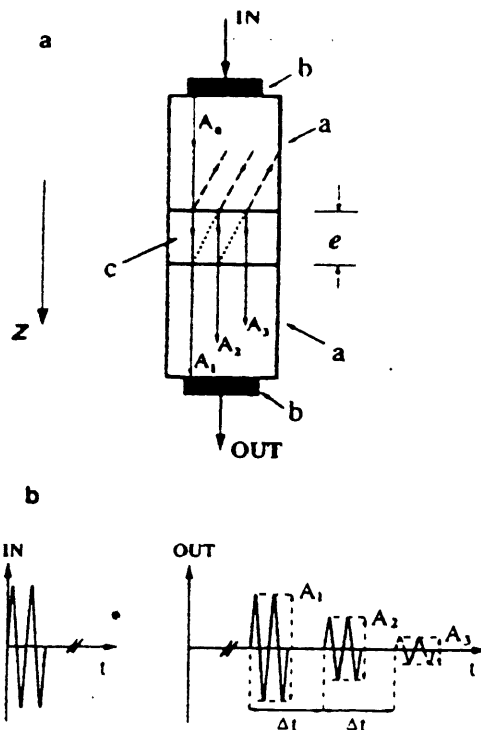


Figure 2-2 : Schéma explicatif de la technique ultrasonore [Gendron et coll. 1994a].

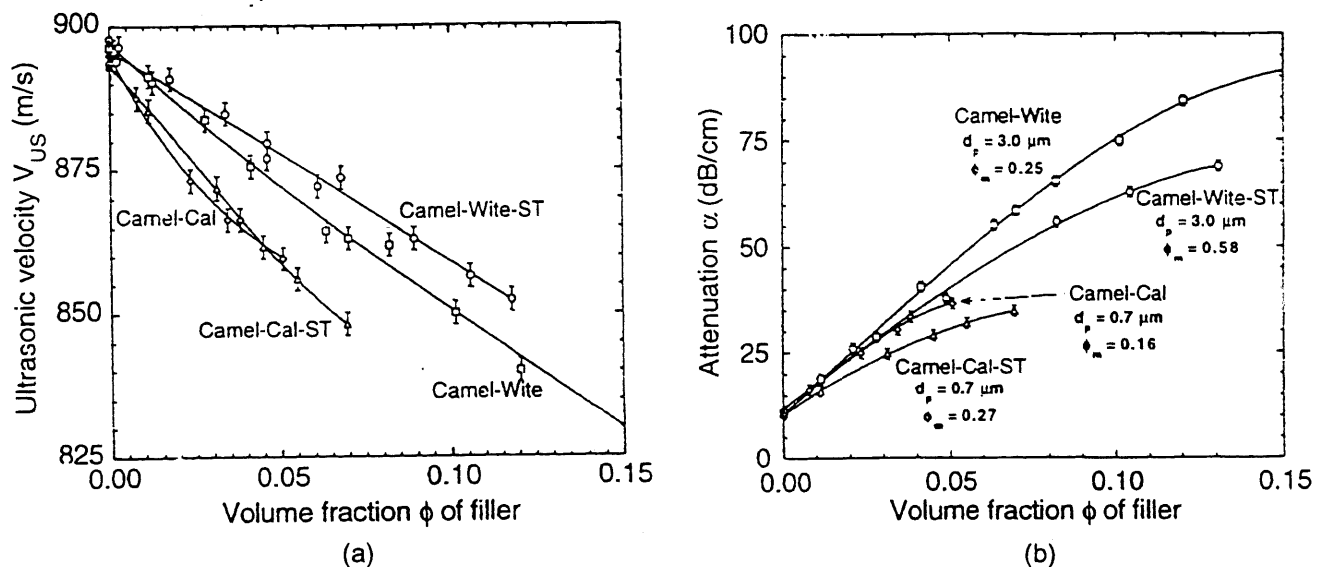


Figure 2-3 : Variations de l'atténuation (a) et de la vitesse ultrasonores (b) en fonction de la fraction massique de charge minérale obtenues par Gendron et coll. [Gendron et coll. 1994a].



$$A^{12} = -(1/d) \ln [(1/T^2)(A_2/A_1)] \quad \text{en transmission} \quad (2-3a)$$

$$A^{23} = -(1/2d) \ln [(1/R^2)(A_3/A_2)] \quad \text{en réflexion} \quad (2-3b)$$

où T est le rapport de l'amplitude de contrainte dans l'onde transmise par rapport à celle de l'onde incidente. R se définit de la même façon mais pour une onde réfléchie [Dufresne et coll. 1994].

Pour ce qui est de la vitesse ultrasonore ( $V_{us}$ ), on mesure le temps ( $\Delta t$ ) entre deux échos successifs et on calcule la relation suivante [Dufresne et coll. 1994] :

$$V_{us} = \frac{2d}{\Delta t} \quad (2-4)$$

Tel qu'énoncé précédemment, ces deux variables ultrasonores sont sensibles à la fraction de charge minérale dans le matériau. La relation, pour la vitesse ultrasonore, est presque linéaire selon Gendron et coll. [Gendron et coll. 1992a]. Pour les particules plus petites, la pente est plus prononcée (figure 2-3a). Pour l'atténuation (figure 2-3 (a)), on note aussi une dépendance linéaire, mais pour de faibles concentrations seulement. La pente est moins prononcée par des particules de faible diamètre. De plus, pour ce même type de particules, la relation cesse plus rapidement d'être linéaire. La courbe d'atténuation apparaît plus rapidement (figure 2-3b). La relation suivante a été proposée par Gendron et coll. [Gendron et coll. 1993b] pour les basses valeurs de  $\phi$ :

$$A_{us} = A_{pp} + k\phi[1 - \phi/\phi_m]^2 \quad (2-5)$$

- $A_{us}$  : atténuation ultrasonore du mélange;
- $A_{pp}$  : atténuation ultrasonore du polymère pur;
- $k$  : pente obtenue pour un cas donné sur une courbe atténuation en fonction de la concentration de charge minérale pour des faibles concentrations;
- $\phi$  : fraction volumique de charge minérale;
- $\phi_m$  : indice de compaction maximum ("maximum packing fraction");

Le signal devient rapidement saturé lorsque  $\phi$  tend vers  $\phi_m$ .

Les ultrasons sont également sensibles à la taille des particules. Ceci est reflété par la valeur de l'atténuation ultrasonore. Comme on peut le constater sur la figure 2-3b le grade Camel-CAL ( $d_{\text{moy}} = 0.7 \mu\text{m}$ ) a une valeur d'atténuation moins élevée que le grade Camel-WITE ( $d_{\text{moy}} = 3 \mu\text{m}$ ), pour une même concentration.

Les travaux réalisés par Gendron et coll. [Gendron et coll. 1992a, 1994a] semblent montrer que les particules de faible diamètre présentent une tendance à s'agglomérer plus facilement que les particules de plus grand diamètre. Cependant, certaines complications peuvent survenir étant donné que la capacité à s'agglomérer varie avec la taille nominale des particules et en raison de la polydispersité des grades usuels de carbonate de calcium tels le Camel-CAL et le Camel-WITE.

Comme on l'a précédemment vu, les travaux de Erwin et Donher en 1984 ont permis de mettre en relief la sensibilité des ultrasons focalisés à la dispersion. La figure 2-3 montre cette même tendance pour la technique élaborée par l'IMI. Pour des grades similaires de carbonate de calcium (même taille nominale de particules) mais en distinguant la poudre ayant été traitée au stéarate de celle qui était non-traitée, les résultats obtenus tendraient à démontrer qu'une meilleure dispersion donnerait un signal moins atténué [Gendron et coll. 1992a].

Les mesures ultrasonores ne sont pas sensibles uniquement à la dispersion et à la composition de la charge minérale dans un polymère. En fait, les ultrasons sondent les propriétés en volume. Par conséquent, d'autres paramètres viennent affecter les mesures ultrasonores. Dépendamment du régime d'écoulement, les propriétés ultrasonores (atténuation et vitesse) sont gouvernées par la pression et la température. En général, on essaie de contrôler la pression en ajustant la vitesse de rotation de la vis, la configuration de la vis et le débit d'alimentation [Bridge et Cheng 1987]. La température de l'écoulement fondu est régie par le profil de température imposé tout le long de la vis et par l'échauffement visqueux (cisaillement du polymère, qui est régie par le débit et la vitesse de rotation de la vis). Cependant, le contrôle de ces variables n'est pas si simple en production où surviennent beaucoup de fluctuations. Pour le polymère à l'état fondu, la pression affecte moins les propriétés ultrasonores que la température [Gendron et coll. 1994a], relativement aux variations de pression et température habituellement rencontrées lors de l'extrusion.

Les mesures statiques des propriétés ultrasonores en fonction de la pression et de la température ne correspondent pas aux mesures en ligne sur un procédé en continu comme une extrudeuse [Gendron et coll. 1991b]. Cependant, on peut voir l'ordre de grandeur de la variation de ces variables en fonction des propriétés ultrasonores. Dufresne et coll. ont montré que la vitesse ultrasonore varie d'environ 0.0482 m/s/Psi et de -4 m/s/°C. L'atténuation, pour les tests statiques, varie d'environ -0.06db/cm/°C et d'environ -0.00041 db/cm/Psi.

Pour des conditions de pression et de température équivalentes, les travaux sur les ultrasons semblaient montrer que la vitesse ultrasonore est linéairement dépendante de la pression et de la température dans l'écoulement fondu [GEN 1991a, 1993b] mais les récentes recherches sur le comportement de ces mesures dans les conditions ci-haut mentionnées (avec écoulement) laissent envisager une réalité beaucoup plus complexe. La vitesse ultrasonore dépendrait en fait du régime de l'écoulement, celui-ci étant déterminé par la vitesse de rotation de la vis, l'alimentation et la température du procédé [Dufresne et coll. 1994]. Cependant, les zones correspondant à chacun des régimes ne sont pas bien cernées étant donné la complexité des interrelations entre les paramètres d'opération. Ainsi, lorsqu'on choisit des conditions d'opération, il devient difficile de savoir dans quelle zone on se situe et quels paramètres influenceront les propriétés ultrasonores. Par contre, à faible régime, la pression et la température sont les principales variables gouvernant les propriétés ultrasonores. À moyen régime cependant, le niveau de cisaillement semble dominer. Les effets du cisaillement sont visibles sur les mesures ultrasonores même sur un polymère pur [Dufresne et coll. 1994].

La problématique des mesures complexifie davantage le problème. La lecture de la température de l'écoulement fondu ( $T_{\text{melt}}$ ), habituellement lue à l'aide d'un thermocouple, a été jugée douteuse par quelques auteurs [Bridge et Cheng 1987, Gendron et coll. 1991a] parce qu'on croit que la température lue est celle du matériau dont est fabriquée l'enveloppe de l'extrudeuse plutôt que celle de l'écoulement. De plus, l'emplacement du thermocouple est critique puisque la température de l'écoulement fondu dans le canal de la matrice est caractérisée par un gradient non-linéaire dépendant aussi des propriétés du matériel et des conditions opérationnelles [Gendon et coll. 1991a]. Par conséquent, même si la température et la pression sont jugées constantes, de petites variations surviennent et provoquent des variations pouvant être importantes pour la qualité du produit.

## 2.3 Problématique

Les trois étapes du processus de mélange telles que décrites à la section 2.1 mettent en lumière la complexité du phénomène. En fait, celle-ci joue autant sur l'équipement de production que sur les conditions d'opération. Par conséquent, l'équipement choisi devra permettre un bon mélange dispersif. Cette question sera traitée plus en détail à la section 3. Cependant, et c'est là que réside l'essentiel des difficultés d'analyse rencontrées, les conditions d'opérations influenceront la dispersion résultante puisqu'elles fluctuent constamment au cours du processus de production. Tout ce qui agira sur les interactions polymère/particules (choix des matériaux, rapidité de la fonte du polymère par la vitesse de rotation de la vis, la température, etc), sur les interactions particule/particule ou degré de cisaillement (temps de résidence, vitesse de rotation de la vis, débits) ou sur les caractéristiques rhéologiques de l'écoulement sera déterminant. Aussi, le choix des variables mesurées et manipulées sera important.

Celles-ci sont difficiles à analyser puisqu'on compte des phénomènes dont les effets peuvent s'annuler. Cette recherche vise à surmonter ces difficultés afin d'obtenir une mesure en-ligne de la dispersion. La technique de mesure ultrasonore semble prometteuse pour ce faire. Aussi, la première partie permettra de démontrer le potentiel de cette technique, décrite en 2.2.2, pour la mesure de la dispersion.

### 3. EXPÉRIMENTATION

En premier lieu, il convient d'établir le cadre expérimental. D'abord, le procédé est choisi. Ensuite, les variables manipulées et mesurées seront déterminées en s'aidant des observations et commentaires tirés de la littérature.

#### 3.1 Procédé

La capacité à réduire la consommation d'énergie, la qualité du produit et son homogénéité serviront de critères pour choisir le procédé approprié [Cormont 1985]. Le but de la plupart des recherches concernant la dispersion est d'obtenir un état donné de mélange avec le moins de travail possible (Joules). Différents tests utilisés dans l'industrie permettront de déterminer la *qualité du produit* (indice de fluidité, "flat falling dart test", rigidité (module élastique), limite élastique, élongation à la rupture, tests d'impacts "Izod" et "notched", stabilité thermique, etc). Quant à l'homogénéité, ce concept a surtout été qualifié par des tests comparatifs. Des méthodes plus au point sont en cours de développement.

L'homogénéité concerne la dispersion et la distribution, mais on ne s'intéressera qu'aux mesures concernant la dispersion puisqu'elle est critique pour la qualité des matériaux. De plus, elle est fortement liée à l'énergie consommée [Esposito 1986, Boluk et coll. 1989, Brenner et Hornsby 1989].

Dans le cas présent, on désire une bonne dispersion. On utilisera donc les équipements conçus à cette fin. Leur particularité est de cisailer de façon importante et de supporter de plus grands moments de force tout en permettant une production raisonnable. Le procédé devra toutefois respecter le plus possible des contraintes monétaires, de sécurité et de qualité pour le matériau produit.

Il existe deux grandes classes de procédés pour le mélange : continus et discontinus. Les procédés discontinus, dont le mélangeur interne (exemple, le Brabender) qui sert assez fréquemment pour étudier la dispersion, sont plus faciles à contrôler étant donné que leur dynamique est mieux connue. Il existe des logiciels de simulation qui donnent d'assez bons résultats. Les procédés continus ont une dynamique plus complexe ce qui rend la modélisation plus difficile et limite les capacités de simulation [Tucker 1992].

L'extrusion fait partie de cette catégorie.

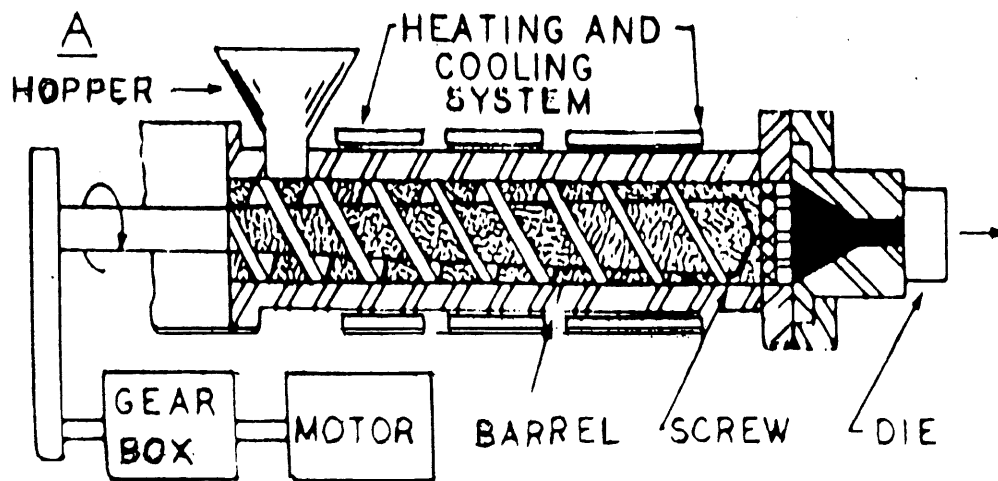


Figure 3-1 : Schéma d'une extrudeuse [Beck 1970]

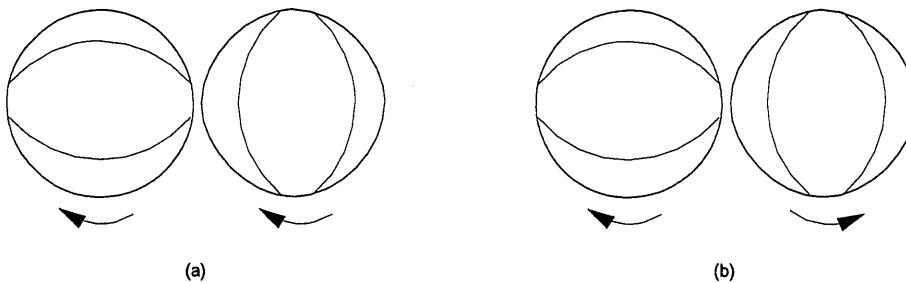


Figure 3-2 : Comparaison entre les sens de rotation (a) co-rotatif et (b) contre-rotatif

### 3.1.1 Extrusion (simple et double-vis)

Une extrudeuse (figure 3-1) est constituée d'un tube en acier, d'une chemise polie ou à rainures, d'éléments chauffants, d'un système de refroidissement, d'un système d'isolation, d'un système de dégazage, d'une ou plusieurs vis d'Archimède, d'une grille qui a une fonction filtrante et exerce une contre-pression ce qui améliore la plastification et aide à l'homogénéisation du mélange, d'une tête de boudineuse et d'une filière qui donne au profilé sa forme définitive.

Le nombre et la configuration de vis d'Archimède de l'extrudeuse déterminent sa capacité à bien disperser la phase mineure dans la phase majeure. L'extrudeuse monovis comporte quelques lacunes à ce niveau. De fait, on observe la compaction de la phase mineure dans les premières sections de baril [Mack 1991]. Les zones à haut cisaillement ne peuvent pas disperser adéquatement les agglomérats et on peut disperser uniquement les mélanges faiblement chargés. En outre, les améliorations, plus particulièrement une opération de prémélange qui aurait pu aider l'opération de mélange, se sont avérées inefficaces à contrecarrer les lacunes de la simple vis [Cormont 1985].

On parlera plus particulièrement de l'extrudeuse biviois puisqu'elle s'est avérée être à de nombreuses reprises, le procédé de choix par son excellente capacité à mélanger et à fournir la contrainte nécessaire à casser les agglomérats. Dans l'extrusion biviois, tous les désavantages cités ci-haut sont éliminés. Tout d'abord, le débit de sortie ne dépend pas de la vitesse de rotation de la vis (la vis n'est pas entièrement remplie de matériaux). L'extrudeuse biviois permet d'obtenir une bonne dispersion étant donné les hauts niveaux de cisaillement pouvant être atteints. Elle est très versatile. La configuration de cette vis peut être changée. La vis est constituée d'une série de petits éléments qu'on choisit en fonction des fins désirées. On peut intervertir des sections de barils, changer les emplacements de dégazage, en ajouter ou en enlever, changer ou ajouter plusieurs points d'alimentation, allonger ou réduire la longueur de la vis, etc. On doit noter au passage que cette étude ne concerne pas la configuration de la vis et qu'on ne prétend pas optimiser ses effets sur la dispersion bien qu'on tente, à tout le moins, de la favoriser.

Le sens de rotation des vis l'une par rapport à l'autre a son importance quand il s'agit de dispersion. En général, le sens co-rotatif où les vis pénètrent l'une dans l'autre (figure 3-2a) est préférée au sens contre-rotatif (figure 3-2b) pour des applications de mélange. De nombreux essais démontrent que la première option permet un mélange dispersif plus probant [Thiele et coll. 1991, Brenner et Hornsby 1989, Cormont 1985] pour un *temps de résidence* réduit et ce, même avec un faible nombre d'éléments de vis dispersif. On peut, en outre, utiliser de plus fortes vitesses de rotation de vis (robustesse) [Mack 1991]. Par ailleurs, la biviois contre-rotative ne permet pas toujours d'avoir une homogénéité adéquate, la consommation d'énergie et la température y sont, dans la plupart des cas, plus élevées que dans le cas des vis corotatives ce qui peut entraîner la dégradation du polymère et s'avérer moins rentable [Cormont 1985, Thiele et coll. 1991]. Malgré le cisaillement élevé dans la biviois corotative copénétrante, il semblerait qu'elle ait une tendance réduite à endommager les polymères et additifs sensibles à la chaleur, au cisaillement ou aux deux [Ess et Hornsby 1987].

Plusieurs auteurs ont travaillé sur des modifications au procédé et sur opérations préalables pouvant l'améliorer. Dans les modifications possibles, on peut faire du mélange en cascades [Albers 1992], modifier l'extrudeuse pour le mélange ou modifier un mélangeur pour l'extrusion [Cormont 1985]. Parmi

les opérations préables les plus populaires, on retrouve le prémélange et le préséchage. Le préséchage consiste à sécher les matériaux avant leur admission aux trémies d'alimentation. Le prémélange consiste à mêler la charge à fortes concentrations avec le polymère pour la diluer par la suite. Le prémélange serait essentiellement un processus distributif [Bolen et Colwell 1958]. De fait, lorsqu'on alimente avec des granules provenant d'un mélange mère, on dilue la solution dans un polymère ce qui revient à la définition d'un mélange distributif. Puisqu'on laisse les matériaux quelques heures dans les trémies au cours des différentes expériences, ceux-ci pourraient avoir un pourcentage d'humidité plus important à la fin qu'au début des expériences ce qui pourraient entraîner des variations non-contrôlées dans la qualité des produits finis.

### 3.1.2 Matériaux utilisés

Des expériences ont été effectuées sur différents polymères, certains polaires, d'autres non-polaires. Des essais sur le *PP* (polypropylène qui est par nature non-polaire) et le nylon 6,6 (qui est par nature polaire), [Ess et Hornsby 1987] ont montré que la matrice polaire chargée de  $\text{CaCO}_3$  provenant de différentes origines géologiques permettait d'obtenir une meilleure dispersion qu'avec de la matrice non-polaire. D'autres expériences ont permis de raffiner ces observations. Sur une comparaison entre le *LDPE* (polyéthylène basses densité qui est par nature non-polaire) et le *CPE* (chloropolyéthylène qui est par nature polaire), la force du pigment semblait influencer la dispersion dans le cas de la matrice non-polaire seulement [Boluk et coll. 1989].

Dans les présents travaux, le polypropylène de grade 6631 FB provenant de Himont Canada sera utilisé (non-polaire). Il possède un indice de fluidité de 2 g/10min et une densité de 890 kg/m<sup>3</sup>. Afin de limiter le nombre d'expériences tout en permettant la poursuite des objectifs recherchés (relier les mesures ultrasonores à la dispersion et à la fraction massique réelle), un seul polymère et un seul grade de charge minérale furent choisis. La polarité de la matrice ne sera donc pas au nombre des variables investiguées.

Le  $\text{CaCO}_3$ , comme charge minérale à ajouter au *PP*, fut choisi ce qui donnera un matériau opaque, éliminant beaucoup de méthodes de caractérisation pour mesurer la dispersion. L'ajout de  $\text{CaCO}_3$  au *PP* permet un abaissement du coût, améliore la stabilité thermique et dimensionnelle, donne un meilleur aspect de surface et une meilleure résistance à l'eau. On peut en faire des structures mécaniques secondaires (ex: capotage), des pièces soudables, des pièces alimentaires (films, corps creux), des pièces du secteur automobile, du bâtiment (ex: mobilier de jardin) et du secteur des sports et loisirs (planche à voile, kayak, cordage). Certaines de ces pièces peuvent être mises en forme entre autres par les procédés d'extrusion [Dessarthe 1993].



Dans les systèmes faiblement chargés, les petites particules forment des agglomérats plus facilement. Les grosses particules semblent donner une dispersion meilleure et plus stable. Aussi le type de  $\text{CaCO}_3$  choisi est le Camel-CAL de diamètre moyen de  $0.7 \mu\text{m}^1$ . Le degré d'attraction polymère-charge peut être modifié par des traitements de surface. À cause de ces affinités physico-chimiques, le traitement des particules au stéarate donne de bons résultats [Ess et Hornsby 1987]. En fait, le type d'agent de surface dépendrait de son affinité à la surface du pigment [Dobbin et Baker 1992]. Dans un premier temps, on effectuera des expériences avec le Camel-CAL sans traitement pour refaire, ensuite, les mêmes expériences en utilisant le Camel-CAL ST (traité au stéarate).

### 3.1.3 Identification des variables manipulées

Une dépendance entre les conditions d'opération et le degré de dispersion existe [Suetsugu et coll. 1990b]. En plus de la taille des particules, du traitement qu'on leur a fait subir et de la polarité des matériaux mis en présence et dont il fut question à la section 3.1.2, les variables répertoriées dans la littérature sont la vitesse de rotation des vis, le débit de chacun des matériaux et le profil de température le long de la vis. Mais comment interviennent ces variables sur la dispersion? C'est ce qui sera expliqué dans les prochains paragraphes.

La zone de fusion est fortement liée à la dispersion et à l'homogénéité [Ess et Hornsby 1987, Albers 1992]. De fait, la rupture des agglomérats survient dans certaines conditions de viscosité. Cette dernière dépend de la température, du taux de cisaillement et de la quantité de charge minérale contenue dans le matériau. Dans le cas où on ajoute le polymère et la charge au début, une fonte rapide est souhaitable [Brenner et coll. 1989]. En contrepartie, les agglomérats se forment<sup>2</sup> à des températures élevées [Li et Masuda 1990]. Ces deux phénomènes inverses entraîneront des difficultés quant au choix des profils de température et pour l'analyse subséquente de leur effet sur la dispersion. Ess et Hornsby ont essayé les profils de température suivants :  $165\text{-}200^\circ\text{C}$ ,  $185\text{-}220^\circ\text{C}$  et  $205\text{-}240^\circ\text{C}$  (température à la trémie d'alimentation - température à la neuvième section de baril jusqu'à la sortie de l'extrudeuse). Après avoir comparé dans les mêmes conditions, ces trois profils, ils en vinrent à la conclusion qu'à la sortie, la dispersion était la même [Ess et Hornsby 1987]. Puisque ces travaux sont basés sur des analyses partielles du phénomène, des profils différents seront choisis afin d'en mesurer les effets.

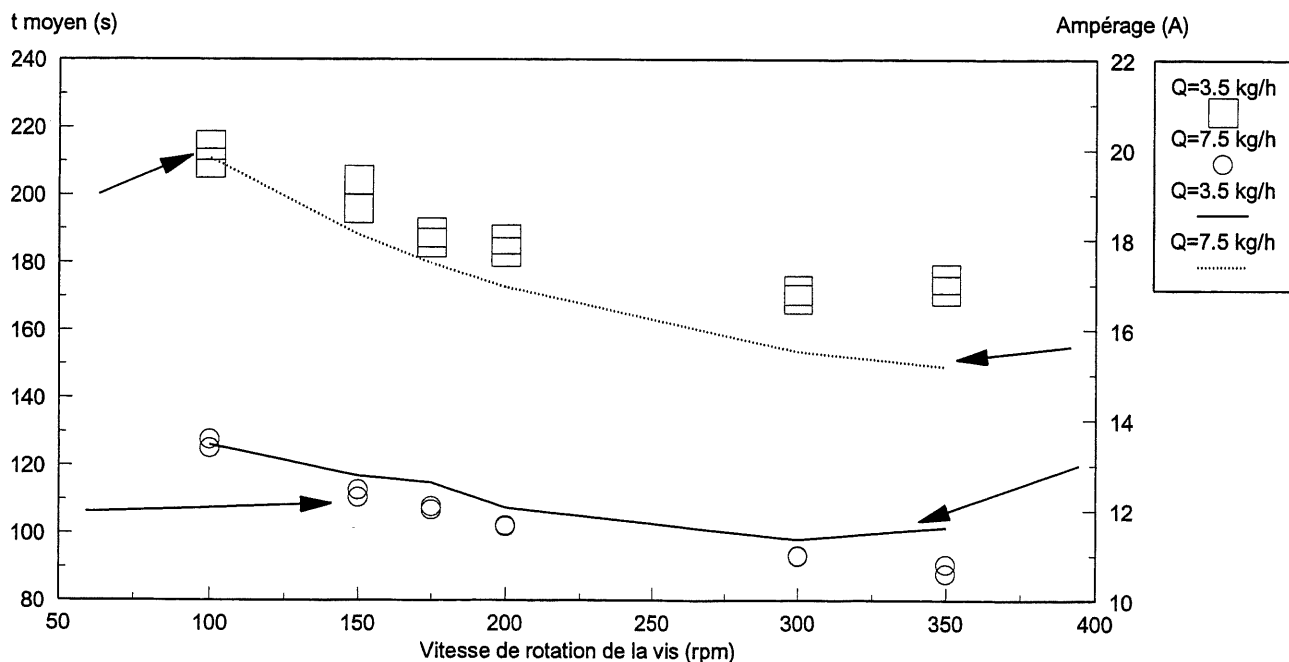
---

<sup>1</sup> La fiche technique des différents types de Camel-CAL se trouve à l'annexe A.

<sup>2</sup> Bien que les théories reconnues concernant la dispersion supposent que les agglomérats sont présents au départ et sont brisés tout au long du processus de mélange, quelques auteurs, tels Massuda et Li, affirment que des agglomérats peuvent également être formés en cours de mélange. Ces quelques lignes viennent en quelque sorte compléter la théorie exposée en 3.1. Selon l'avis de l'auteure, cette interprétation du phénomène sans être nécessairement mauvaise, ne semble pas correspondre exactement à ce qui est ordinairement émis dans la théorie sur la dispersion. C'est pourquoi elle fut exclue de la section 2.1.

On a également touché la question de la charge minérale. Il semblerait que la concentration jouerait un certain rôle pour la dispersion. Ce phénomène serait influencé par le diamètre nominal des particules [Suetsugu et coll. 1990b]. Puisqu'on ne travail que sur une seule origine géologique et un seul diamètre de particule de  $\text{CaCO}_3$ , aucune comparaison ne sera faite, mais on pourra quand même voir les effets de la concentration sur la dispersion pour le grade choisi.

Le temps de résidence ou temps de mélange est également important [Ess et coll. 1987]. Le temps de résidence dans une zone à fort cisaillement est déterminant pour la dispersion [Suetsugu 1990a]. Plus il est grand, plus le nombre de grands agglomérats diminue, augmentant du coup le nombre de petits agglomérats [Suetsugu et coll. 1987]. Malgré cela, les agglomérats de très grande taille ne diminuent pas très vite en grosseur et on observe un changement de la distribution de la dispersion en fonction du temps de résidence [Shiga et Furuta 1985]. D'autre part, il est difficile de contrôler la dispersion étant donné la distribution du temps de résidence. De fait, des particules admises en même temps dans l'extrudeuse ne sortiront pas simultanément.



Graphique 3-1 : Temps de résidence moyens en fonction du débit et de la vitesse de rotation des vis.

On pourrait tout de même penser qu'en augmentant le temps de résidence on aurait toujours une meilleure dispersion. Selon Ess et Hornsby, un niveau limite est atteint [Ess et hornsby 1987]. Cependant, si on augmente le temps de résidence en diminuant la vitesse de rotation de la vis, on

consommara plus d'énergie (lié à l'ampérage). C'est ce qu'on peut voir au graphique 3.1. D'autre part, si on augmente le temps de résidence en diminuant le débit, il en résultera un gain au niveau énergétique (la dépense énergétique sera plus faible) mais on diminue également le rythme de production. Un juste milieu devrait être visé en ce qui concerne le débit, la vitesse de rotation de la vis et la consommation d'énergie. Jusque là, on pourrait anticiper une influence plus grande d'une variation de débit sur la dispersion qu'une variation de la vitesse de rotation de la vis, en raison des temps de résidence. Cependant, on doit tenir compte des effets du cisaillement sur les autres variables du procédé. En fait, plus la vitesse de rotation de la vis est grande, plus on cisaille et plus le polymère s'échauffe. En s'échauffant de la sorte, la viscosité tend à diminuer ce qui entraîne une consommation d'énergie moins grande, donc une diminution du cisaillement. En état de régime, on aura atteint un équilibre. Il semblerait, selon Li et Masuda [Li et Masuda 1990] que les agglomérats aient tendance à demeurer ou à se former (dépendamment des écoles de pensée) à basse vitesse de rotation et ce, malgré un cisaillement plus important.

#### 3.1.4 Identification des variables mesurées

Les variables qui seront mesurées et calculées sont : la température et la pression de l'écoulement fondu, trois pressions au niveau de la filière dans le but de connaître la valeur de la pression au niveau de la prise de mesures ultrasonores. On mesurera également l'atténuation et la vitesse ultrasonores ainsi que la contrainte de cisaillement qui est calculée en fonction du gradient de pression mesuré. L'objectif de cette première partie est de montrer qu'il existe un lien entre la dispersion et les mesures ultrasonores. Les travaux d'Erwin et Dohner ayant permis de montrer un lien entre la trace laissée par un signal ultrasonore focalisé et la dispersion, il est possible qu'il y ait également un lien de cet ordre pour la trace des signaux ultrasonores non focalisés [Erwin et Donher 1984]. On en a donc fait l'acquisition. La trace du signal ultrasonore est illustrée à la figure 2-2 b.

On désire améliorer la dispersion, mais on veut éviter une surconsommation d'énergie. On fera donc l'acquisition de l'ampérage du moteur de la vis afin d'en tenir compte. Cette mesure donne également un ordre de grandeur du taux de cisaillement. Seules, les valeurs ultrasonores ne suffisent pas à donner une mesure de la dispersion. En fait, on l'a vu précédemment, la pression et la température de l'écoulement fondu influencent aussi, les mesures ultrasonores, selon le régime d'écoulement où on se situe.

Le cisaillement est aussi important selon le régime où on se trouve. La contrainte de cisaillement,  $\sigma_{12}$  ("shear stress"), présente dans l'écoulement peut également être calculée. La figure 3-6b (filière) montre un schéma de la filière qui sera utilisée. On a trois capteurs de pression qui permettront d'extrapoler la

valeur de la pression au niveau des capteurs ultrasonores étant donné que le profil de pression attendu est linéaire. Elles permettent également de calculer la valeur de la contrainte de la façon suivante :

$$\sigma_{12} = \left( \frac{H}{2(1 + H/W)} \right) \left( \frac{\Delta P}{L} \right) \quad (3-1)$$

où L est la distance entre les capteurs mesurant le gradient de pression, H est l'épaisseur du canal d'écoulement (ici c'est 3 mm) et W est la largeur du canal (40 mm).

La viscosité peut aussi être calculée de la façon suivante :

$$\eta = \frac{\sigma_{12}}{\dot{\gamma}_a} = \frac{\sigma_{12} WH^2}{6Q} \quad (3-2)$$

où Q est le débit volumique de polymère (cm<sup>3</sup>/s) et  $\dot{\gamma}_a$  le taux de cisaillement apparent (s<sup>-1</sup>).

Les variables énoncées précédemment permettront de mieux circonscrire la valeur de la dispersion.

### 3.2 Plan d'expériences

Les variables manipulées qui risquent de faire fluctuer les variables cibles (dispersion et fraction massique de carbonate de calcium) sont les débits de polymère et de charge, la température de consigne sur la zone de fusion, la vitesse de rotation de la vis, la température de sortie et le traitement donné à la charge minérale (avec ou sans stéarate).

Après avoir choisi les variables manipulables, il convient d'établir le protocole expérimental. Pour chaque variable manipulable, les plages d'opération et les niveaux choisis seront déterminés (section 3.2.1). Ces deux premières étapes sont résumées dans le tableau 3-1. Puis les composantes du montage expérimental choisies et les différentes étapes du déroulement des expériences seront identifiées et expliquées (3.2.3). Les plages d'opération sont choisies en tenant compte de la capacité de l'appareil, d'une part (capacité maximum), et de la limite de détection des appareils de mesure, d'autre part. Les niveaux choisis tiennent compte des matériaux utilisés et de l'utilisation habituelle.

La vitesse de rotation de la vis couvre une plage allant de 0 à 390 rpm. Cet appareil est utilisé habituellement entre 20 et 80% de sa capacité. Par ailleurs, la relation entre la vitesse de rotation de la

vis et les temps de résidence est non-linéaire. On a donc choisi trois niveaux tels qu'indiqués au tableau 3-1.

La plage d'opération du débit de polypropylène a été déterminée en mesurant le débit maximum d'avalement. Pour ce faire, on vérifie que pour une vitesse de rotation des vis et un débit donnés, l'ampérage de l'extrudeuse se situe en dessous du niveau maximal. Si tel n'est pas le cas, ceci entraîne alors son l'arrêt complet de l'extrudeuse. Le débit maximum conforme aux vitesses de rotation de la vis choisies est de 10 kg/h. Étant donné qu'on ajoutera du  $\text{CaCO}_3$ , on a jugé que l'utilisation de 3.5 et 7.5 kg/h permettrait d'effectuer les expériences désirées.

TABLEAU 3-1 : PLAN D'EXPÉRIENCES

Variable	Plage d'opération	Nombre de niveaux choisis	Valeurs choisies
Vitesse de rotation de la vis	0-390 rpm	3	100 rpm 175 rpm 300 rpm
Débit de PP	0 - $Q_{\text{avalement}}$	2	3.5 kg/h 7.5 kg/h
Fraction massique de $\text{CaCO}_3$	0 - 20 %	5	0 % 5 % 10 % 15 % 20 %
Profil de température	Selon les matériaux	2	(1) 185-225 °C (2) 200 °C
Agent de surface	Traité ou non-traité	2	ST non-ST

La fraction de  $\text{CaCO}_3$  à la sortie doit être inférieure à 30%, niveau auquel une saturation du signal ultrasonore est anticipé. Ainsi, 5 niveaux ont été sélectionnés.

Le profil de température peut être extrêmement varié. En fait, les niveaux choisis dépendent des matériaux utilisés, principalement de la phase majeure. Le polypropylène a une température de fusion de 168-169 °C. Dans l'extrudeuse, on doit fixer la température de consigne à un minimum de 180°C afin d'éviter une fusion tardive des matériaux. Le premier profil comprend ainsi une température d'entrée de 185°C. Une augmentation de 5 degrés entre chaque section de baril est programmée jusqu'à l'obtention de 225 °C à la neuvième section. De là jusqu'à la sortie, la température est maintenue constante. Le second profil choisi implique l'imposition d'une température de 200°C à toutes les sections de baril de l'extrudeuse.

Pour ce qui est de l'agent de surface, il fut décidé d'utiliser du  $\text{CaCO}_3$  non-traité dans un premier temps et traité dans un second temps. Il fut également décidé d'utiliser un mélange contenant une proportion équivalente des deux types de  $\text{CaCO}_3$  (traité et non-traité) pour quelques expériences seulement. Les conditions d'opération retenues pour les expériences avec ces mélanges sont inscrites au tableau 3-2.

### 3.2.1 Protocole expérimental

La figure 3-3 représente le schéma de montage expérimental. L'alimenteur gravimétrique Acrison (A) est montré plus en détails sur la photographie de la figure 3-4 a. Il sert à alimenter l'extrudeuse avec du polypropylène pur. De fait, aucun prémélange n'a été réalisé [Brenner et Hornsby 1989]. Selon Albers [Albers 1992], à chaque fois qu'on mélange le polymère, il se dégrade un peu plus ce qui provoque une baisse de la qualité du produit. L'alimenteur gravimétrique K-tron (B) permet d'alimenter la charge minérale. Il est montré à la figure 3-4b.

**TABEAU 3-2 : CONDITIONS D'OPÉRATION RETENUES POUR UN MÉLANGE CONTENANT DES PROPORTIONS ÉQUIVALENTES DES DEUX TYPES DE CARBONATE DE CALCIUM**

Débit (kg/h)	Profil de température	vitesse des vis (rpm)	% massique $\text{CaCO}_3$
3.5	(1)	100	5
3.5	(1)	175	5
7.5	(1)	100	15
7.5	(1)	175	20
7.5	(1)	300	5
3.5	(2)	175	15
3.5	(2)	300	15
7.5	(2)	100	10
7.5	(2)	175	5
7.5	(2)	300	20

Les deux matériaux ont été acheminés ensemble au point d'alimentation via un canal vertical, conçu à cette fin (C). Le point d'alimentation de l'extrudeuse se situe au niveau de la première section de baril (pour les deux matériaux simultanément) bien que des résultats encourageant aient été obtenus avec l'alimentation de la charge minérale situé en aval [Brenner et Hornsby 1989, Ess et Hornsby 1987]. De fait, les particules auraient tendance à isoler les granules de plastique de la chaleur et alors entraîneraient une augmentation de l'abrasion de la vis et du baril et une augmentation du nombre d'agglomérats. Une extrudeuse (D) bvis co-pénétrante et corotative de marque Leistritz telle que représentée à la figure 3-5a

comporte 11 sections de barils. Les vis présentent un rapport L/D de 43 et un diamètre de 34 mm. La vis est représentée à la figure 3-5b. On y voit une série d'éléments de vis ayant différentes fonctions.

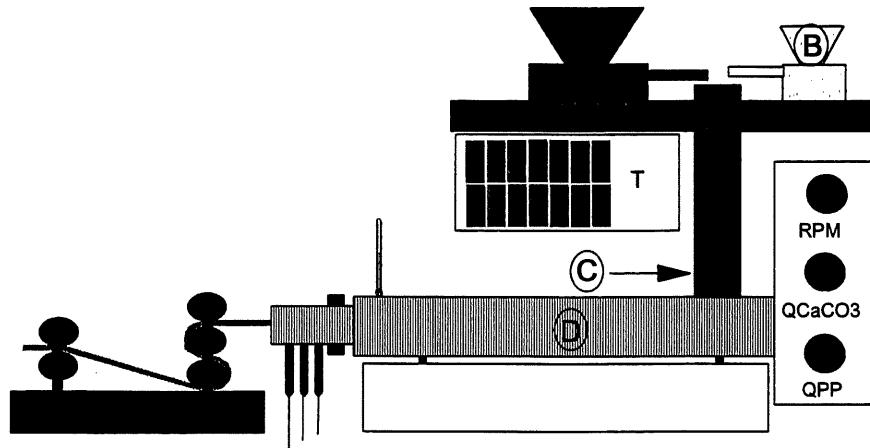
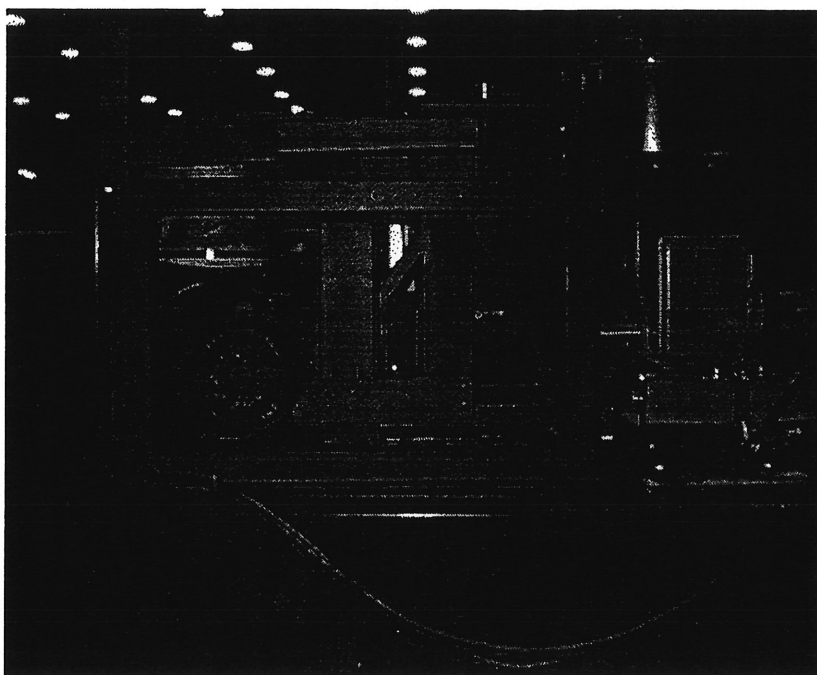


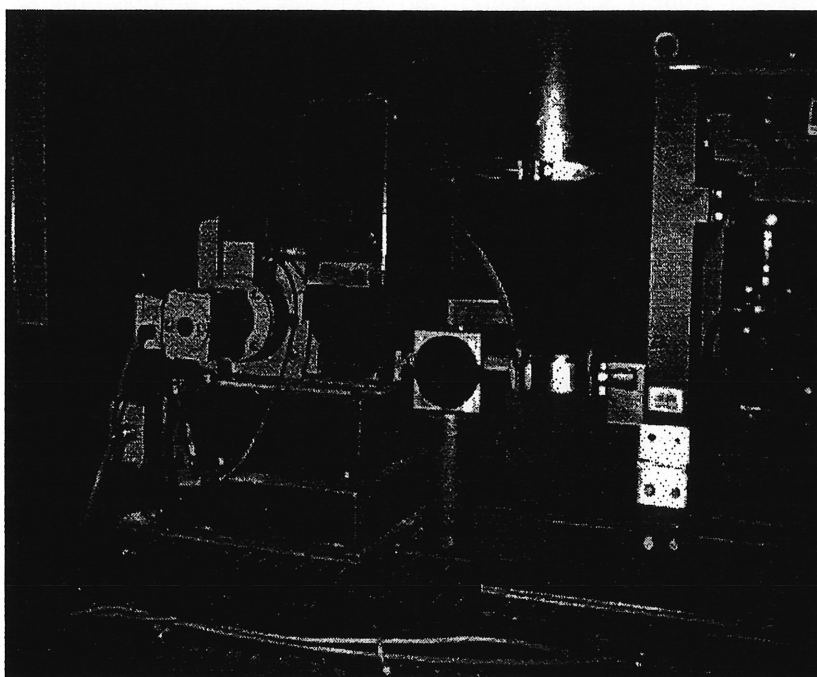
Figure 3-3 : Schéma de montage expérimental.

La section 0 est la zone d'alimentation. Jusqu'à la section 2, le polymère est transporté et subit le processus de fusion. En ajoutant un élément à pas inverse, on s'assure de la fusion du polymère. Les éléments suivants, jusqu'au milieu de la neuvième section, fournissent le support nécessaire à l'augmentation et au maintien d'une pression nécessaire au malaxage. Ensuite, on a un retour à la pression atmosphérique permettant la dévolatilisation à l'aide d'une conduite conçue à cette fin. Puis la section 11 contient des éléments de transport permettant d'acheminer le matériel vers la filière. Des éléments de mélange (blocs de pétrissage) ont été installés aux sections 4,6,7 et 8 en plus d'éléments à pas inversés aux sections 3 et 9.

L'humidité contenue dans les matériaux peut affecter la dispersion, comme on l'a vu précédemment, en favorisant la formation de ponts hydrogène provoquant une augmentation de la force interparticulaire. Deux solutions peuvent empêcher ou du moins réduire l'ampleur de ce phénomène. Il s'agit du préséchage [Ess et Hornsby 1987, Hornsby 1988, Malpass et coll. 1989] et de l'ajout d'un port de dégazage [Hornsby 1988, Malpass et coll. 1989, Brenner et Hornsby 1989]. Le PP et le  $\text{CaCO}_3$  sont reconnus comme étant non-hygroscopiques, mais on suggère de les présécher tout de même [Malpass et coll. 1989]. Cependant, étant donné la manipulation subséquente et le temps des expériences, les matériaux seraient vulnérables à la prise d'humidité [Thiele et coll. 1991] et des variations surviendraient



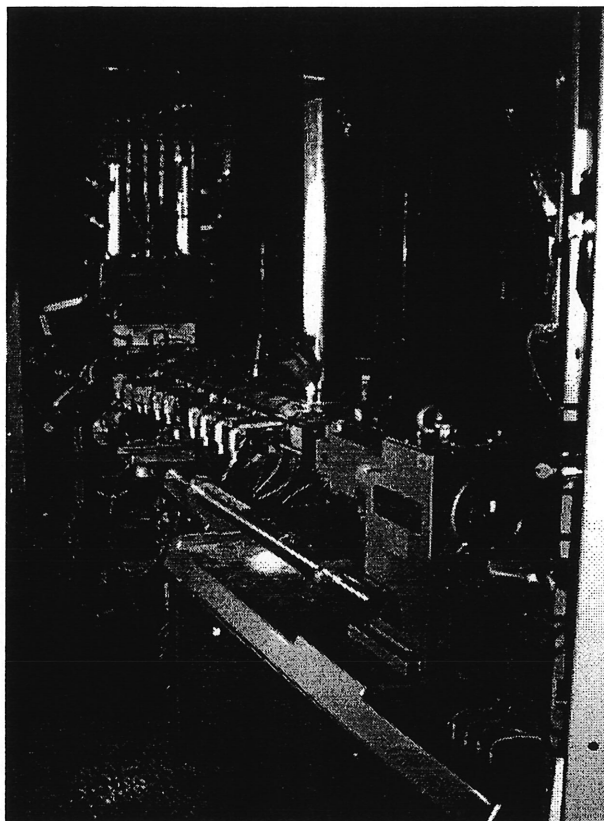
(a)



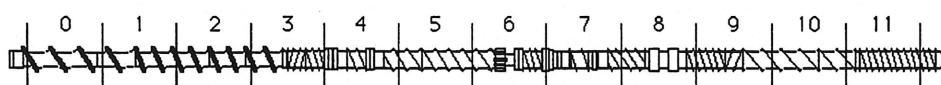
(b)

Figure 3-4 : Alimenteurs (a) Acrison utilisé pour l'alimentation des granules de PP (b) K-tron utilisé pour l'addition du carbonate de calcium.





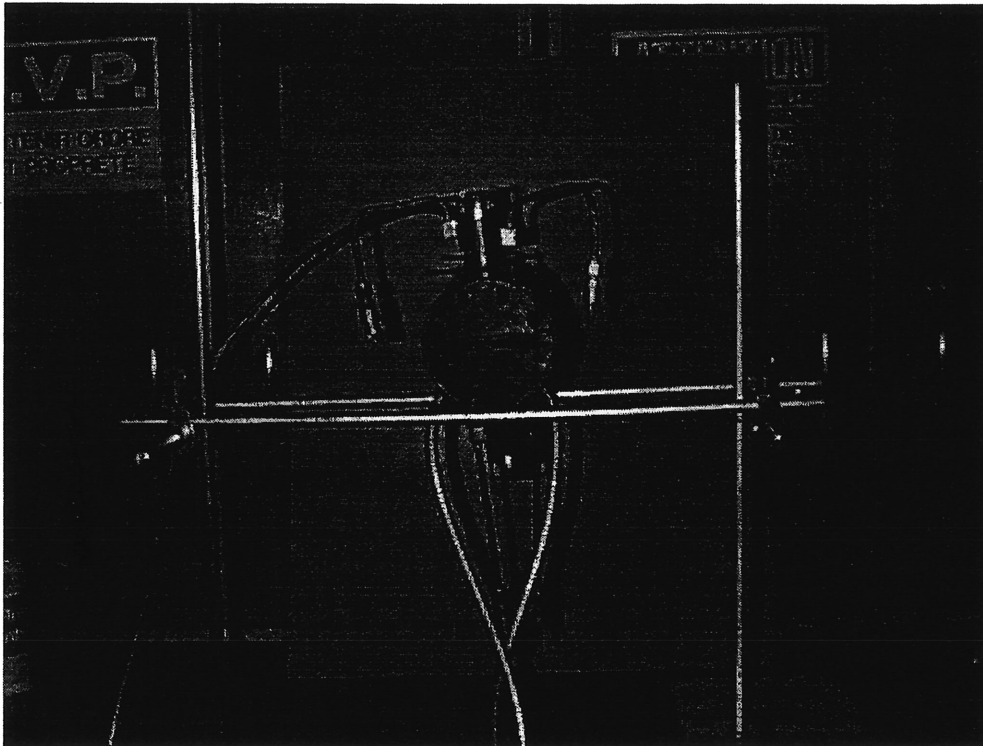
(a)



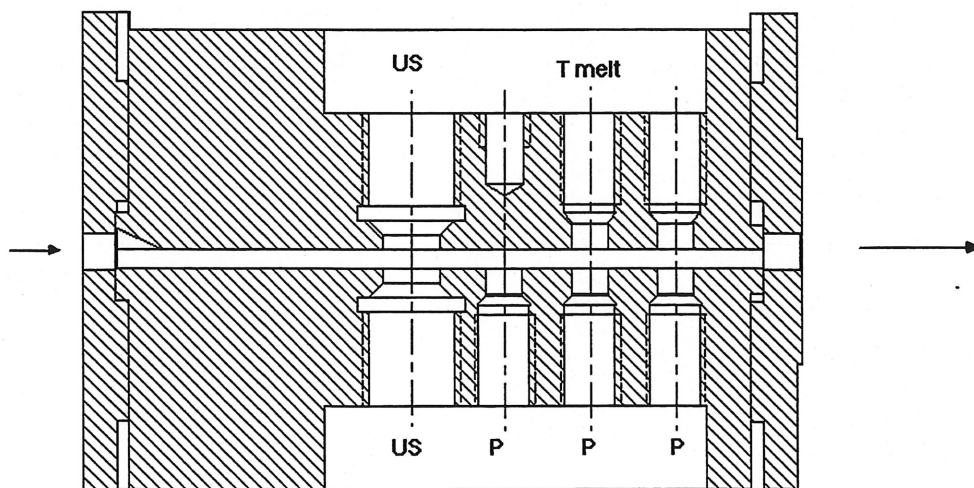
(b)

Figure 3-5 : Photographie de (a) l'extrudeuse et (b) schéma de la configuration de vis utilisée

qui pourraient être causées non pas par des variations de la dispersion, mais par la variation du contenu en humidité. Aussi, on a utilisé la deuxième solution soit la dévolatilisation qui survient à la section 10. On doit également souligner ici qu'une hausse de température améliore la dévolatilisation.



(a)



(b)

Figure 3-6 : Filière de l'extrudeuse vue de face (photographie (a)) et vue de côté en coupe (b).

Le produit à l'état fondu est alors acheminé à travers la filière (E) où l'atténuation, la vitesse ultrasonore, le gradient de pression et la température sont mesurés. On peut voir une vue de face (figure 3-6a) et une vue de côté en coupe (fig 3-6b) de la filière d'extrusion; on note la présence de capteurs ultrasonores de 5 MHz et 12.7 mm de diamètre de marque MATEC (modèle 2C5-5R). L'extrudat à la sortie de la filière est calandré à une épaisseur de 2 mm. Le produit fini est un long ruban.

Une fois que l'extrudeuse et les appareils périphériques sont réglés aux conditions d'opération désirées, on attend que les conditions restent inchangées depuis 15 minutes. Des mesures sont alors prises à toutes les secondes pendant 150 secondes au plus, jusqu'à ce qu'un minimum de 1.2 mètres pieds de ruban ait été produit. Une marque est inscrite sur le ruban pour en indiquer le début et la fin. Cette section est prélevée et identifiée pour les tests de caractérisation subséquents (pyrolyse et microscopie) à être effectués.

#### 4. CARACTÉRISATION

Une fois les expériences effectuées, le ruban extrudé est utilisé pour quantifier les variables cibles. La concentration de  $\text{CaCO}_3$  à la sortie de l'extrudeuse est vérifiée par pyrolyse. Les raisons ayant conduit à choisir la microscopie électronique à balayage seront exposées à la section 4.2. Les étapes menant à un indice de dispersion y figurent également.

##### 4.1 Concentration de $\text{CaCO}_3$ à la sortie

La concentration de  $\text{CaCO}_3$  à la sortie de l'extrudeuse a été déterminée par pyrolyse. Pour améliorer la validité des résultats obtenus, le ruban extrudé a été échantillonné à trois endroits soit au début, au milieu et à la fin du ruban. Chaque échantillon d'environ 15 cm de long est d'abord taillé en pièces de dimension inférieure à  $3 \text{ cm}^2$  afin d'augmenter la surface de contact. Puis, ces pièces furent placées dans des creusets. On a laissé chauffer le tout dans un four à pyrolyse à  $450^\circ\text{C}$  pendant 4 heures. Après ce traitement, seul le carbonate de calcium subsistait dans le creuset. La concentration réelle est calculée comme suit :

$$[\text{CaCO}_3] = \frac{m_{\text{CaCO}_3}}{m_{\text{CaCO}_3} + m_{\text{PP}}} = \frac{m_{\text{cp}} - m_{\text{cv}}}{m_{\text{ca}} - m_{\text{cv}}} \quad (4-1)$$

$[\text{CaCO}_3]$ :	concentration de carbonate de calcium;
$m_{\text{CaCO}_3}$ :	masse du carbonate de calcium;
$m_{\text{PP}}$ :	masse du polypropylène;
$m_{\text{cv}}$ :	masse du creuset vide;
$m_{\text{ca}}$ :	masse du creuset et de l'échantillon avant la pyrolyse;
$m_{\text{cp}}$ :	masse du creuset et de l'échantillon après la pyrolyse.

##### 4.2 Mesures de la dispersion

On a vérifié que la technique ultrasonore mesure la dispersion en comparant les résultats obtenus par cette méthode avec ceux obtenus par une technique fiable en laboratoire. Le choix de cette méthode est basé

sur la facilité à préparer les échantillons, la minimisation des artefacts, les erreurs inhérentes à la méthode employée, la facilité à analyser les images obtenues et l'indice de dispersion utilisé.

La microscopie optique par transmission (MET) est une technique souvent utilisée dans le cas des polymères. Dans ce cas-ci, il fut extrêmement difficile de réaliser à la fois des couches assez minces sans qu'il n'y ait des lignes de coupes apparentes tout en évitant l'arrachement des agglomérats [Ess et Hornsby 1986]. De plus, on voulait éviter la superposition des particules. On a donc privilégié la microscopie électronique à balayage (MEB).

Lors des essais préliminaires, on a tenté d'observer les images en électrons secondaires. Cependant, le contraste n'était pas suffisant de sorte que la frontière entre la phase mineure et la phase majeure était difficilement perceptible. On aurait pu effectuer une dissolution ou une imprégnation par une substance colorante d'une des deux phases mais ces méthodes sont des sources potentielles d'artefacts : il peut en découler la confusion des pores avec la phase mineure et la réussite d'une bonne imprégnation est difficile [Ess et coll. 1984, Kalyon et coll. 1988]. Le souci de limiter les artefacts de préparation des échantillons a fait porter le choix de la méthode sur la microscopie à balayage en électrons rétrodiffusés. La figure 4-1 permet d'expliquer la différence entre les électrons secondaires et rétrodiffusés. Tel qu'on peut l'observer, les électrons rétrodiffusés sont sensibles au numéro atomique des éléments mis en présence tandis que cette influence est restreinte dans le cas des électrons secondaires. Plus le coefficient électronique ( $\eta, \delta$ ) est élevé, plus l'objet apparaîtra brillant. Dans le cas présent, le calcium de la molécule de  $\text{CaCO}_3$  (numéro atomique : 20) fera apparaître cette phase plus brillante que le polymère qui lui, est essentiellement constituée d'atomes de carbone et d'hydrogène (numéros atomiques respectivement de 6 et 1).

En résumé, la technique retenue est l'observation des échantillons au microscope électronique à balayage en électrons rétrodiffusés. Cette technique est celle qui permet d'observer le contraste le plus accentué entre la matrice et la phase dispersée pour les échantillons observés.

#### 4.2.1 Préparation des échantillons

Afin d'avoir des résultats les plus précis possibles, quatre échantillons pris au début de chacun des rubans ont été sectionnés [Dobbin et Baker 1992]: deux sur les côtés du ruban et deux au centre. Ils sont

jugés représentatifs de l'ensemble du ruban puisque les mesures et l'échantillonnage ont été faits en état de régime [Underwood 1974].

Il faut choisir un mode de préparation qui comporte le moins de manipulations possibles afin d'éviter les risques d'artefacts. Pour l'analyse quantitative, l'échantillon doit présenter une face plane conductrice à l'électricité et supporter le bombardement électronique dans le vide. "Une planéité à moins d'un micron est nécessaire pour éviter les artefacts d'absorption en analyse quantitative. Cette condition est d'autant plus impérieuse que l'angle de détection est plus faible et que les éléments à analyser sont plus légers [Everhart 1989]. Des artefacts peuvent survenir à toutes les étapes de la préparation. La coupe et le polissage final sont les étapes où le risque d'artefacts est le plus élevé. Le polissage, après enrobage dans la résine<sup>1</sup>, fonctionne très bien au dire de plusieurs auteurs [Suckanek 1983, Sawyer et Grubb 1987, Hornsby 1988, Ess et Hornsby 1987] pour la lumière réfléchie ou au MEB.

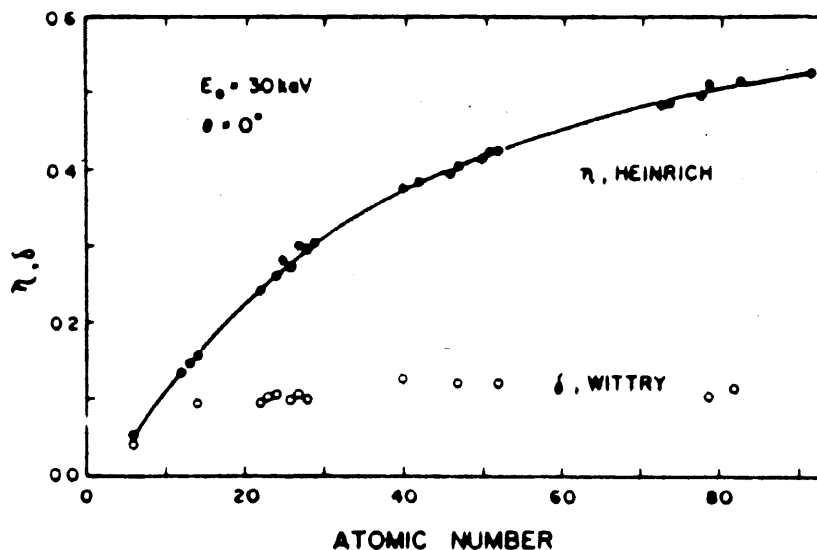


Figure 4-1: Courbe comparative des électrons secondaires ( $\delta$ ) et des électrons rétrodiffusés ( $\eta$ ) [Gitzhofer 1994]

<sup>1</sup> L'enrobage dans la résine est nécessaire afin de maintenir l'échantillon dans la même position et éviter un polissage inégal.

À la suite des lectures faites [Dobbin et Baker 1992, Suetsugu 1990a, Ess et coll. 1984], deux méthodes de préparation des échantillons furent expérimentées : l'enrobage dans la résine suivi d'un polissage et la microtomie. Ces deux méthodes permettent l'obtention d'une surface plane nécessaire pour quantifier la dispersion. Après avoir fait quelques essais, l'enrobage fut rejeté. Tout d'abord, l'adhésion entre la résine et l'échantillon laissait à désirer (arrachement des échantillons lorsque leur format était trop petit). De plus, il était difficile de garder l'échantillon vertical dans la résine, sans compter les artefacts possibles inhérents à la méthode (inclusion de silice, stries observées sur la surface des échantillons). Ceci serait causé principalement par la ductilité des matériaux et leur immiscibilité l'un avec l'autre. Aussi, la seconde méthode, soit la microtomie, fut retenue. Afin d'éviter les stries le plus possible et d'améliorer la planéité, on a imité Suetsugu [Suetsugu 1990a], Dobbin et Baker [Dobbin et Baker 1992] en taillant à froid (-20 °C) les échantillons avec une lame de tungstène. Les observations subséquentes ont démontré l'amélioration de la qualité des échantillons découlant de cette précaution.

Par la suite, chaque échantillon est fixé sur un porte-échantillon (12 mm de diamètre) à l'aide d'un adhésif. Le contact électrique est effectué grâce à de la peinture d'argent. Les échantillons destinés à être analysés au microscope électronique à balayage doivent être conducteurs électriquement afin de minimiser la concentration de charge occasionnée par la non-conductivité des polymères, et pour qu'il y ait une production suffisante d'électrons à observer [Sawyer et Grubb 1987]. Donc une fois fixé sur le porte-échantillon, on doit rendre la surface assez conductrice sans toutefois masquer des informations sur la nature des échantillons. Les enduits conducteurs augmentent le contraste et diminuent les dommages par irradiation. Le calcul pour choisir l'enduit conducteur est basé sur le rapport des intensités résumé par l'équation :

$$I/I_0 = e^{-\mu \rho \Delta s} \quad (4-2)$$

$I/I_0$	:	intensité relative mesurée;
$\mu$	:	coefficient d'intensité de l'enduit conducteur pour l'élément irradié;
$\rho$	:	densité de l'enduit conducteur;
$\Delta s$	:	épaisseur des échantillons (on la suppose équivalente pour tous les enduits).

Le tableau 4-1 présente les données disponibles existantes pour chaque produit contenu dans le matériau. On y trouve les rapports de coefficient d'intensité sur densité des ondes  $K\alpha$ . Celles-ci sont les ondes les plus intenses du spectre d'ondes émis par le matériau. Elles permettent donc une meilleure discrimination. Pour déterminer quel enduit conducteur prendre, on suppose d'abord qu'on compare les échantillons pour une épaisseur équivalente d'enduit. Par comparaison, il est possible de choisir l'enduit compte tenu des matériaux observés. Le carbone a été choisi pour éviter de masquer les matériaux présents par des matériaux lourds et parce qu'on a estimé qu'il permettrait d'obtenir un bon rapport d'intensité. De plus, c'est celui qui permet d'obtenir les meilleures images pour ce type d'échantillon selon Sawyer et Grubb [Sawyer et Grubb 1987]. On a estimé l'épaisseur de l'enduit de carbone déposé à environ 10-20 nm. Par la suite, les échantillons ont été séchés au moins 12 heures au dessiccateur préalablement à leur observation au microscope.

#### 4.2.2 Observations au microscope électronique à balayage

L'observation a été effectuée sur un microscope électronique à balayage de marque JEOL 840A en électrons rétrodiffusés, mode composition. L'élément le plus léger détectable par le détecteur à électrons rétrodiffusés étant le sodium (numéro atomique de 11) avec la fenêtre de béryllium, cette technique convenait parfaitement pour voir le carbonate de calcium dont l'élément visible, le calcium, a une masse molaire de 40,078 g-mole (élément atomique numéro 20).

TABLEAU 4-1 : COEFFICIENTS D'ABSORPTION MASSIQUE POUR LES  $K\alpha$  ( $\mu/\rho$ ) CONCERNANT LE TYPE DE DÉPÔT QUI PERMETTRA UN MEILLEUR RAPPORT D'INTENSITÉ (HEINRICH, 1966 TIRÉ DES NOTES DE COURS DE GITZHOFFER 1994) (UNITÉS  $10^3 \text{ CM}^2/\text{G}$ ).

Dépôt (masse volumique)-> Éléments présents	Au (19.3)	Pd (12.0)	Pt (21.45)	Ni (8.9)	C (2.34)
Ca	1578.9	1703.4	1515.4	404.4	42.1
C	15.21	5.250	16.05	17.27	2.373
O	11.76	18.33	11.34	9.235	12.38

Le grossissement auquel ont été prises les images a été guidé par les tailles des particules de carbonate de calcium. Tel que représenté dans le tableau des caractéristiques de ce matériau (annexe A), 99% des



particules ont une taille inférieure à 5  $\mu\text{m}$  et 100% ont moins de 7  $\mu\text{m}$ . Afin d'avoir un bon rapport qualité d'image en fonction du temps consacré à ces mesures, on fait l'acquisition pour obtenir 16 niveaux de gris et 256 pixels dans chaque direction [Russ 1992]. Puisqu'un seul pixel sur l'écran peut être associé au bruit, on a fait l'acquisition d'une image qui donne une résolution qui tienne compte de cette particularité. On doit également être capable de voir les gros agglomérats (autour de 140  $\mu\text{m}$ ) autant que les petits. Avec ces considérations et en tenant compte de la précision de grossissement du microscope électronique à balayage, on a choisi 80x comme grossissement. Ainsi avec un balayage en grandeur nominale de 90 mm x 90 mm (grandeur réelle de 1.125mm x 1.125mm), on obtient une surface de 4.39  $\mu\text{m}$  x 4.39  $\mu\text{m}$  pour le plus petit objet observable (un pixel).

Il faut être conscient qu'il existe un artefact lié à la profondeur d'interaction des électrons à haute énergie. Par simulation de Monte-Carlo, la profondeur maximum d'interaction a été évaluée à près d'un micron. Les résultats de cette simulation sont contenus à l'annexe B. Cette technique ne pourra être que comparative entre des échantillons traités et observés de la même façon.

#### 4.2.3 Analyse d'images

Avant de parler d'analyse, on doit traiter les images. Pour déterminer la qualité de mélange de façon quantitative, on a eu recours à l'analyse d'image. Celle-ci a deux buts : améliorer l'apparence de l'image et la préparer à des mesures. Une image est digitalisée une fois que les ajustements ont été effectués sur le microscope pour donner un maximum de contraste et une bonne qualité d'image. Tel que cité précédemment, une image de 256 x 256 pixels pour 16 niveaux de gris donne un bon rapport qualité-temps [Russ 1992].

L'image acquise sera traitée par le logiciel d'analyse d'image ImagePro Plus. Les traitements préalables effectués sur l'image doivent faciliter l'analyse subséquente sans déformer les informations contenues sur celle-ci. Ce logiciel permet d'ajuster le contraste, la brillance et le coefficient gamma, ce dernier permettant d'accentuer le contraste dans les zones sombres ou claires. La nature des images acquises facilite le traitement. On retrouve deux composantes, le  $\text{CaCO}_3$  (zones claires) et la matrice (zones sombres). La seule chose à faire est d'accentuer la différence entre ces deux zones. Les résultats obtenus sont très satisfaisants (voir figure 4-2).

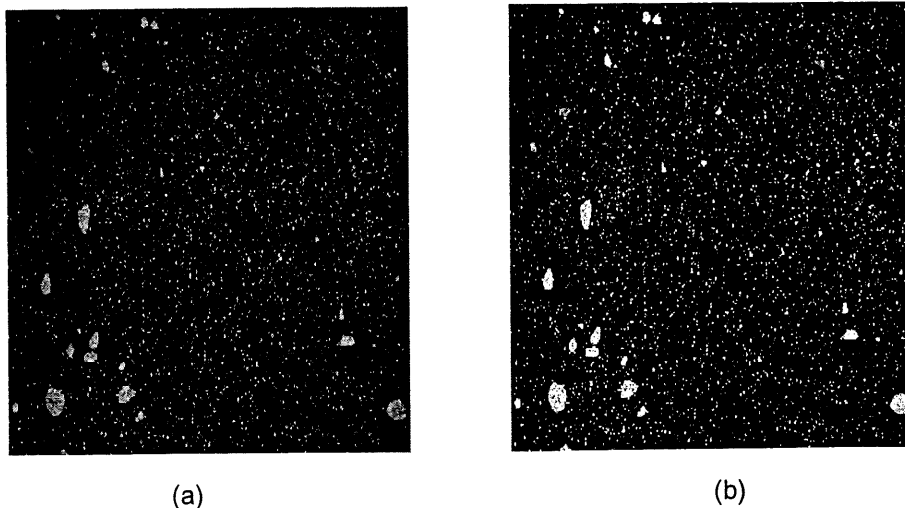


Figure 4-2 : Images réalisées (a) avant les ajustements et (b) après les ajustements du contraste, de la brillance et du coefficient gamma.

Une fois les ajustements de brillance, de contraste et de gamma pratiqués, il reste à épurer les images. On doit d'abord identifier les problèmes liés à l'acquisition et choisir le ou les filtres appropriés. Le cas du bruit, sans être évident, a été analysé. Pour retirer le bruit, le filtre médian s'avère être le choix le plus largement effectué. Celui-ci sert à éliminer le bruit en faisant une moyenne de l'intensité des voisins d'un pixel et en remplaçant ensuite la valeur de ce pixel par la moyenne obtenue. Cependant, il fut noté que son emploi détruisait beaucoup d'informations. Le même résultat fut obtenu quand on utilisait une érosion suivie d'une dilatation. Cependant, il est certain que des particules de bruit sont présentes sur l'image. Aussi, une autre option fut envisagée afin de solutionner ce problème. On a anticipé de quelle façon le bruit pourrait apparaître sur une image, soit sous forme de pixels aléatoirement distribués. On a estimé que le cas où deux pixels voisins auraient changé d'état à cause du bruit serait peu probable. On a utilisé l'option "fill holes" des agglomérats<sup>2</sup> et tous les pixels isolés furent retirés du groupe des agglomérats. Dès lors, un agglomérat devait compter plus de deux pixels. Il semble, en outre, que les images acquises sans émission d'électrons indiquent une très faible proportion de bruit.

Ensuite le logiciel a compté les particules grâce à un compteur automatique. Aucun cas problème ne s'est manifesté. Les agglomérats aux frontières de l'image sont automatiquement rejetés puisqu'incomplets. Les valeurs dont on a fait le décompte sont : le nombre de particules, le diamètre

---

<sup>2</sup> Cette option ne risque pas de causer d'artefacts car tous les agglomérats observés avaient des formes ellipsoïdes ou circulaires pleines. Aucune forme plus complexe n'a été observée. Aussi, l'option "fill holes" n'a été utilisée que dans le but d'éliminer des pixels bruités à l'intérieur de ces agglomérats.

(moyenne sur 72 directions différentes), l'aire, le rapport directionnel, le périmètre. Cependant, seule l'aire a été utilisée en raison des erreurs évidentes obtenues sur la valeur du diamètre moyen par le logiciel.

#### 4.2.4 Définition et calcul de l'indice de dispersion

Afin de disposer d'un indice de dispersion représentatif, on doit avoir un certain nombre d'agglomérats pour le total des échantillons provenant d'un même ruban. Considérant que l'indice de dispersion (équation 4-3) représente une proportion et que l'échantillon est représentatif mais que l'image acquise est prise aléatoirement sur la surface de l'échantillon; on a calculé qu'avec 269 particules, on a une précision de 0.05, 9 fois sur 10. Dans la plupart des cas, les 4 échantillons permettent de surpasser cet objectif. Dans les cas où moins de 269 particules furent comptées, on a sectionné d'autres échantillons pour compléter (moins de 0.5 % des cas).

Une étude très intéressante a été réalisée par Suetsugu [Suetsugu 1990a] concernant les indices de dispersion du PP chargé au  $\text{CaCO}_3$ . En utilisant un indice exprimant un rapport de la surface, il fut noté que ce dernier (équation 4-3) corrèle bien les propriétés en impact. Cet indice est basé sur la détermination du seuil minimum d'agglomérat. Autrement dit, on doit décider de la taille minimum d'un agglomérat qui sera plus grand qu'un agrégat qui lui-même est plus grand qu'une particule. Par exemple, pour un diamètre moyen des particules de  $0.15 \mu\text{m}$ , Suetsugu a choisi  $[0.1 \text{ à } 1 \text{ ou } 2] \mu\text{m}$  pour l'intervalle contenant les agrégats et  $[1 \text{ ou } 2, \alpha[$  pour les agglomérats. Cependant, il observe que les propriétés mécaniques sont davantage affectées par les agglomérats de plus de  $10 \mu\text{m}$ . Dans le cas présent, c'est  $38.0 \mu\text{m}^2$  qui fut choisi ( $0.7 \mu\text{m}$  de diamètre moyen des particules).

$$ID = 1 - A_{\text{agg}}/A_T = 1 - \left[ \sum (\pi d_i^2 n_i / 4) \right] / (A \phi) \quad (4-3)$$

ID	:	Indice de dispersion;
$A_{\text{agg}}$	:	Aire de la surface occupée par les agglomérats seulement;
$A_T$	:	Aire de la surface totale occupée par le carbonate de calcium;
A	:	Aire totale observée;

- $d_i$  : diamètre des  $i$ èmes particules, où  $i$  est le nombre de grandeurs différentes;  
 $n_i$  : nombre de particules de la  $i$ ème grandeur;  
 $\phi$  : fraction volumique de charge minérale dans l'échantillon.

Mauvaise dispersion  $0 \leq ID \leq 1$  Bonne dispersion

$$\phi = \frac{w/\rho_{CaCO_3}}{w/\rho_{CaCO_3} + (1-w)/\rho_{PP}} \quad (4.4)$$

- $W$  : fraction massique de charge minérale dans l'échantillon.  
 $\rho_{PP}$  : densité de polypropylène soit  $0.890 \text{ g/cm}^3$ .  
 $\rho_{CaCO_3}$  : densité de carbonate de calcium soit  $2.71 \text{ g/cm}^3$ .

Puisque l'aire des agglomérats a été mesurée, on aura recours à cette valeur pour calculer la surface occupée par les agglomérats. Selon Underwood [Underwood 1974], les rapport de surface n'ont pas besoin d'être corrigés. Aussi, aucune correction n'a été apportée.

En résumé, la caractérisation des échantillons permet d'obtenir la concentration réelle de  $CaCO_3$  par la pyrolyse. La microscopie électronique à balayage par électrons rétrodiffusés en mode composition, permet d'obtenir le contraste suffisant pour l'analyse d'image qui, grâce à l'équation 4-3, donnera un indice de dispersion. On doit couper au cryomicrotome pour réduire les risques d'artefacts. L'indice de dispersion exprimée par Suetsugu sera utilisé puisqu'il a montré une tendance qui suit celle des propriétés mécaniques en impact et en tension. Enfin, on ne saurait trop insister sur le caractère relatif des indices obtenus, causé par la profondeur d'interaction des électrons rétrodiffusés. Ceci mène donc directement à la section 6, où les résultats de la caractérisation seront analysés en fonction des variables manipulées et mesurées.

## 5. RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES

Dans le présent chapitre, on tentera de relier la concentration et la dispersion aux variables mesurables dans une optique de contrôle. On reliera les propriétés ultrasonores aux variables cibles (concentration et dispersion).

Pour rencontrer ces objectifs, on identifiera d'abord les zones grises pouvant affecter l'analyse des données. On analysera également la relation existant entre les propriétés ultrasonores aux variables cibles. Dans le but éventuel d'en faire le contrôle, on identifiera l'effet d'un changement de chaque variable manipulable sur les variables cibles. Tout ce travail permettra de faire le passage à la modélisation comme telle.

### 5.1 Critique de la méthode et sources d'erreurs

En cours de route et en raison de doutes émis dans la littérature, quelques points doivent être clarifiés. L'ensemble des données brutes se trouve à l'annexe C avec les erreurs qui lui sont associées.

#### 5.1.1 Mesure des pressions

Une première série d'expériences fut effectuée avec trois capteurs de pressions (500, 1500, 1500 Psi) pour les essais avec le carbonate de calcium non-traité. Par la suite, un bris survenu à deux de ces trois capteurs ont forcé le changement de ces instruments contre d'autres équivalents. Comme il n'y en avait plus du même type, on a utilisé trois autres capteurs (1500, 3000, 3000, Psi) qui, on le savait, allaient faire diminuer la résolution. Il est possible que les différences observées entre le carbonate de calcium traité et celui non-traité soient causées en partie par ce changement d'instruments soit par les instruments en tant que tel (résolution), ou la recalibration qu'il a fallut refaire ou une déviation systématique possible. Toutefois, le même effet est observé sur la pression de l'écoulement fondu qui n'a pas été changé.

#### 5.1.2. La température

Tel que mentionné auparavant dans la littérature [Gendron 1991c], il semblerait que la lecture de la température de l'écoulement fondu soit faussée par la conductivité thermique de l'enveloppe de l'extrudeuse et de l'échauffement visqueux de l'écoulement de polymère chargé ou de la friction contre le thermocouple de ce même écoulement. Une solution à ce problème pourrait être d'utiliser des thermocouples à infrarouges qui permettraient d'éliminer les causes des erreurs de lecture des thermocouples conventionnels. Dufresne et coll. ont déjà mentionné les effets d'une hausse de pression

ou de température sur les propriétés ultrasonores. De la même façon, un changement réel de la température affectera la viscosité donc, la contrainte de cisaillement (donc la dispersion si les hypothèses mentionnées à la section 2 sont bonnes) et par conséquent, la pression.

#### 5.1.3 Mesures ultrasonores prises au troisième écho

Les mesures de vitesse ultrasonores calculées à partir du troisième et du deuxième écho doivent être semblables. Des différences surviennent cependant dans quelques cas. Il est possible que la perte du troisième écho entraîne une erreur sur le calcul des mesures ultrasonores calculées à partir de celui-ci. Ces cas problèmes sont les mêmes pour l'atténuation et pour la vitesse ultrasonore. Aussi, seuls les vitesse et atténuation ultrasonores pris au deuxième écho seront utilisés.

#### 5.1.4. Résultats manquants

Deux mesures à 20% de  $\text{CaCO}_3$  n'ont pu être établies soit les cas S1751001 et N2751002<sup>1</sup>. Les conditions utilisées menaient l'extrudeuse en alarme en raison du trop grand torque imposé à la vis. Aussi, ces cas ont été mis de côté. Pour des fins de comparaison, on s'est tout de même assuré d'avoir l'orthogonalité en passant sous silence certaines expériences réalisées selon le type de comparaison demandé. Aussi, ces résultats n'affecteront pas les conclusions tirées.

#### 5.1.5 Dégradation

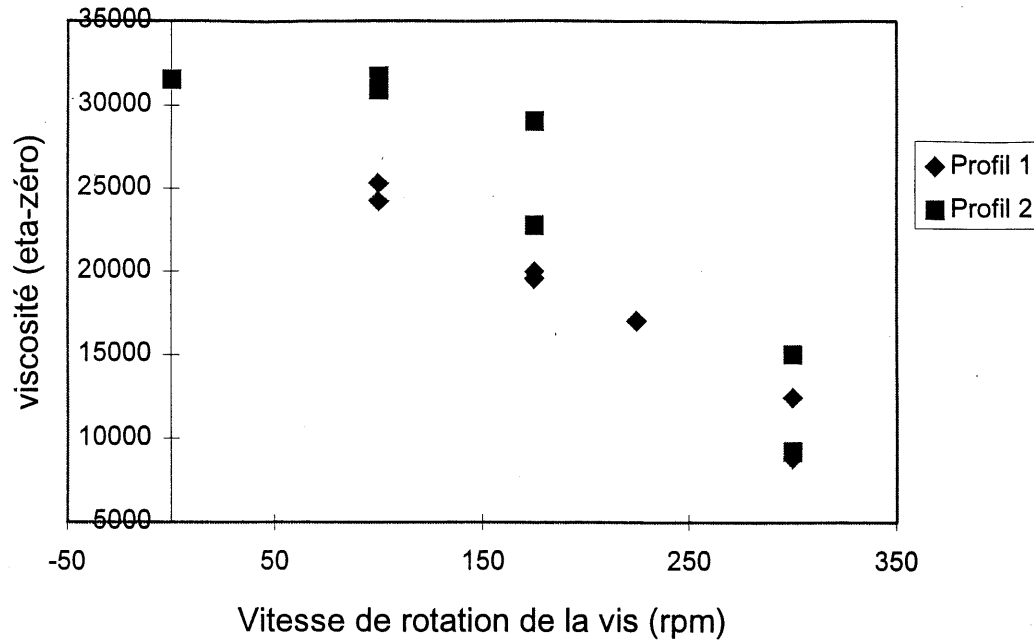
La dégradation est le processus selon lequel la matrice de polymère voit ses chaînes brisées sous l'action de contraintes externes. Un polymère dégradé possède une viscosité plus basse ce qui se reflète sur les valeurs de pression et de la contrainte de cisaillement. Donc, on peut penser que cela pourrait affecter la dispersion.

Deux types de dégradations peuvent survenir : thermique et mécanique. La dégradation thermique peut être occasionnée par de trop hautes températures d'opération mais dépend également du temps de séjour. La dégradation mécanique se quantifie en termes de cisaillement mécanique donc peut être affectée par la vitesse de rotation de la vis et aussi par un temps de séjour. Le graphique 5.1 montre que les pires cas de dégradation de la matrice apparaissent à 300 rpm et 3.5 kg/h donc à fort cisaillement

---

<sup>1</sup> La codification des échantillons, XTQPVVVF se traduit comme suit : X signifie que la charge ajoutée, s'il y a lieu, est traitée (S) ou non-traitée (N) au stéarate. T est le numéro de profil de température, le débit réel de polypropylène est Q.P. La vitesse de rotation de la vis est représentée par VVV et F est un code exprimant la fraction massique de charge ajoutée au matériau (0=0%,5=5%,9=10%,1=15%,2=20%).

mécanique et long temps de séjour. Les données mesurées (pression, contrainte de cisaillement, vitesse de vis mesurée) devraient permettre au réseau de neurones de gérer ce phénomène.



*Note : ces mesures rhéologiques ont été prises en laboratoire sur des échantillons ne comportant pas de charge, testés à 200° C*

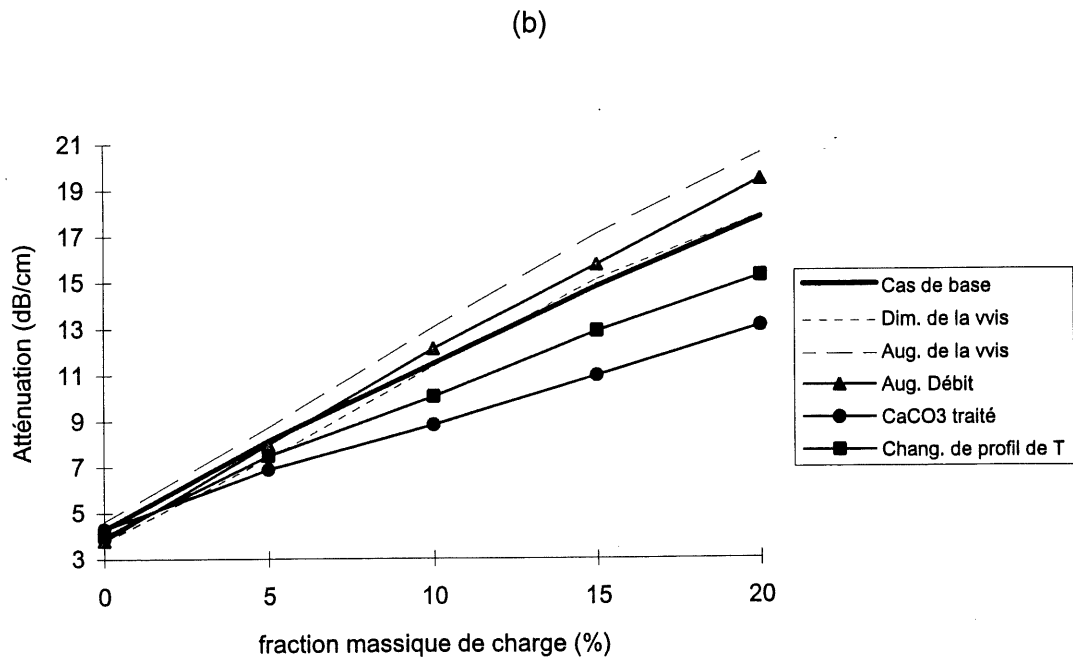
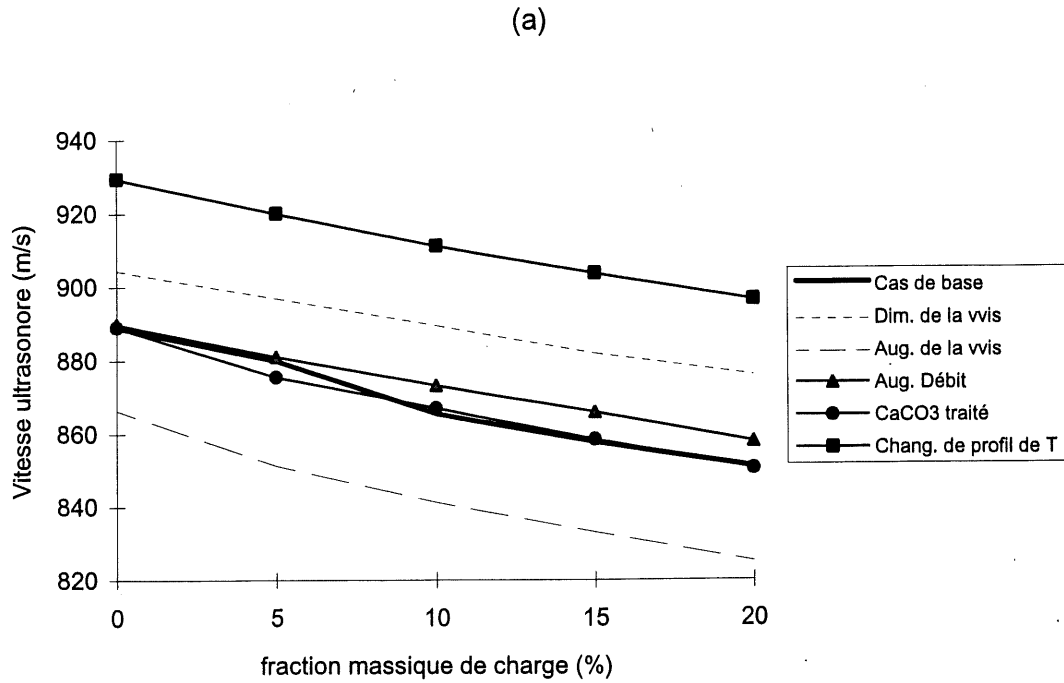
Graphique 5.1 : Dégradation de la matrice (viscosité) en fonction des conditions d'opération

## 5.2 Concentration

Le travail ici s'accomplit dans une optique de contrôle. À ces fins, on identifie les variables critiques. Tout d'abord, on s'attarde à la concentration puis, à la dispersion. Les comparaisons avec la littérature seront établies pour valider les essais effectués.

### 5.2.1 Influence des paramètres d'opération

Il est évident que la concentration dépend des débits des alimenteurs. Les résultats bruts (annexe B) montrent une déviation maximum de 1.57% en valeur absolue. Aussi, l'approche qui sera étudiée est plutôt l'effet de la concentration sur les variables mesurées afin d'en permettre le suivi en temps réel. C'est ce qui sera abordé plus tard à la section 5.2.2.



Graphique 5.2 : (a) vitesse ultrasonore et (b) atténuation en fonction de la fraction massique de charge



### 5.2.2. Relation de la concentration avec les variables mesurées

#### *5.2.2.1. Les propriétés ultrasonores*

Les graphiques 5.2.a et b montrent une dépendance entre les propriétés ultrasonores et la fraction massique. En outre, les critères statistiques du tableau E.1. confirment cette observation qui est encore plus marquée dans le cas de l'atténuation ultrasonore.

Au graphique 5.2a, on observe la décroissance de la vitesse ultrasonore en fonction de l'augmentation de  $\text{CaCO}_3$ . Au graphique 5.2b, on remarque la croissance de l'atténuation avec la fraction massique de carbonate de calcium.

Ces résultats se rapprochent davantage de ceux obtenus par Gendron et coll. [Gendron et coll. 1994a] (voir figure 3.3). Comme dans ces travaux, dans ce cas-ci, la vitesse ultrasonore est inversement proportionnelle à la concentration et l'atténuation est directement proportionnelle à la concentration de charge dans le polymère. Les différences observées entre les travaux de Bridge et Cheng et ceux de Gendron et coll. sont peut-être causés par la fréquence ultrasonore utilisée (MHz dans le cas de Gendron et coll.) et la plage de concentration investiguée. Puisque les travaux effectués ici se rapprochent davantage de ceux effectués par Gendron et coll., il est normal qu'on ait à peu près les mêmes résultats. Fait intéressant à noter, le passage du Camel-CAL au Camel-CAL ST correspond à une légère augmentation de la vitesse ultrasonore (moins évidente ici que pour les travaux de Gendron et coll.) et par une réduction de l'atténuation pour des conditions d'opérations identiques et ce pour toutes les valeurs de concentration de charge expérimentées.

#### *5.2.2.2. Autres variables mesurées*

À l'annexe D, au tableau D.2.a, on peut observer l'influence de l'accroissement de la fraction massique sur les différentes valeurs mesurées. En premier lieu on note une augmentation de la pression et du gradient de pression en fonction de la concentration de charge minérale. Découlant de ceci, on observe une augmentation de la contrainte de cisaillement qui est calculée par l'équation 3.1. Une régression de la fraction massique en fonction de ces variables mesurées sur l'ensemble des données acquises valide la relation entre ces paramètres (voir annexe E tableau E.1) pour un critère de 99%.

De là, on peut expliquer l'augmentation du torque en fonction de la concentration puisqu'un plus grand débit demande un plus grand travail mécanique. Ces affirmations sont confirmées par le tableau D.2d qui montre que l'accroissement du débit total, peu importe la concentration de charge, entraîne une

augmentation de pression, du torque et de la contrainte de cisaillement. Cette conclusion est respectée dans tous les cas.

À la section 2.2., il fut mentionné que les mesures ultrasonores en statique étaient liées à la pression. À des fins de comparaison, on a extrapolé la pression au point de mesure ultrasonore pour comparer les valeurs de Dufresne et coll. de 0.048 m/s/Psi (7 m/s/Mpa) en fonction de la vitesse ultrasonore et de -0.00041 dB/cm/Psi (-.06 dB/cm/Mpa) pour l'atténuation. La première chose qu'on note c'est qu'avec Dufresne et coll. [Dufresne et coll. 1994], une augmentation de pression s'accompagnait d'une augmentation de la vitesse ultrasonore alors que ce n'est pas nécessairement le cas ici (voir résultats à l'annexe D). On peut donc penser que l'influence de la fraction massique sur la vitesse est plus grande que ce que laisse entrevoir les valeurs observées puisqu'elle travaille dans le sens contraire de la pression. Notez ici que les tests sont dynamiques. Pour les travaux de Dufresne et coll., l'atténuation et la pression étaient inversement proportionnels alors qu'avec une fraction de carbonate de calcium variable, ils sont directement proportionnels. C'est donc dire que l'effet prépondérant est celui de la fraction de charge.

Pour ce qui est de la température, elle varie très peu selon ce traitement de données puisque les conditions d'opération ont été maintenues constantes exception faite du débit de carbonate de calcium (évidemment). On rappelle que Dufresne et coll. ont obtenus des variations des mesures ultrasonores liées à la température sur des systèmes non-chargés de -.06 dB/cm/°C et -4 m/s/°C. Tout comme eux, une augmentation de la température entraîne une diminution de l'atténuation ou de la vitesse ultrasonore par contre, cette tendance n'est pas aussi marquée dans ce cas-ci. Peut-être que les différences de concentration et de température d'opération expliquent ce phénomène.

Déjà, on peut identifier des relations possibles pour les variables manipulées en entrée :

$$w = f(Q_{CaCO_3}, Q_{PP}) = \frac{m_{CaCO_3}}{m_{CaCO_3} + m_{PP}} \quad (5.1)$$

Pour les variables mesurées, avec les données de régression et l'analyse précédente, seule la température de l'écoulement fondu semble insignifiante du point de vue de la fraction massique mais influence les propriétés ultrasonores. Aussi, pour avoir un modèle complet, on se basera sur la relation qui suit pour faire nos modèles neuronaux.

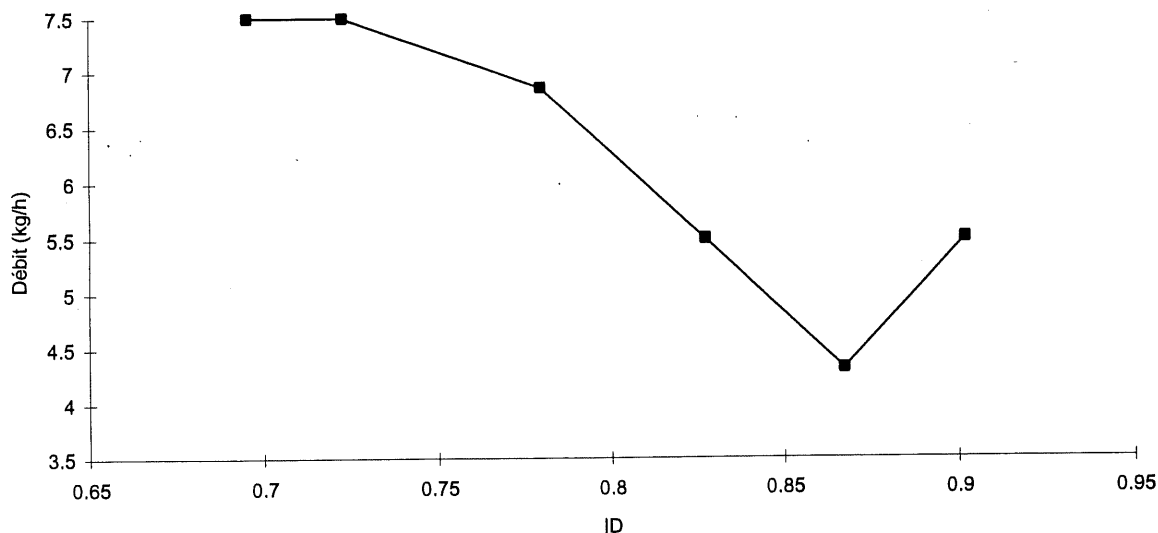
$$\phi = f(V_{US}, A_{US}, P, \Delta P(\text{contrainte de cisaillement}), T, \text{Torque}) \quad (5.2)$$

### 5.3. Dispersion

#### 5.3.1 Influence des paramètres d'opération

L'objectif est de comparer les critères statistiques obtenus au tableau E.1 (en annexe E), avec les seuils de confiance statistiques. On fixe le seuil acceptable à 90%. Tout ce que diront ces résultats c'est s'il y a eu ou non possibilité d'interaction linéaire entre les variables dont on fait la régression avec la dispersion. On a également les tableaux de valeurs compilées par plans orthogonaux à l'annexe D.

Le traitement du  $\text{CaCO}_3$  au stéarate est utilisé pour améliorer la dispersion. Le tableau D.2b<sup>2</sup> permet de valider cette théorie. Dans tous les cas sans exception, on constate une amélioration systématique de la dispersion en conséquence du traitement de surface des particules. D'ailleurs, les données de régression partielles portent à confirmer également ce phénomène.



Graphique 5.3 : Relation entre le débit et l'indice de dispersion

Le débit est la variable manipulée qui semble le plus affecter la dispersion. C'est ce qui est constaté au tableau E.1 où le débit est la variable manipulée présentant le plus grand coefficient de Fisher (40.3) et de détermination ( $r=0.532$ ) ce qui est largement suffisant pour espérer la possibilité d'un lien entre ces variables. Au tableau D.2, c'est également le débit qui affecte le plus les valeurs de dispersion.

<sup>2</sup> Les données ont été séparées en différenciant par catégorie de concentration pour éviter de glisser des erreurs qui seraient conséquentes à des différences de concentration.

Afin d'aller un peu plus loin dans la direction du débit, on a amalgamé les résultats par classe de valeurs d'indice de dispersion en faisant la moyenne pour chaque catégorie (annexe D). De là, on obtient le graphique 5.3 pour la variation du débit en fonction de la dispersion qui a un  $r^2 = 0.8078$  ce qui semble confirmer nos observations antérieures. À noter que les conditions d'opérations ne sont pas nécessairement identiques d'une classe à l'autre et que l'orthogonalité n'est pas respectée. On sait qu'une hausse de débit entraîne une décroissance des temps de résidence (voir graphique 3.1). Si on suppose qu'un matériau se faisant cisailer plus longtemps donnera une meilleure dispersion, on peut expliquer la relation entre le débit et l'indice de dispersion.

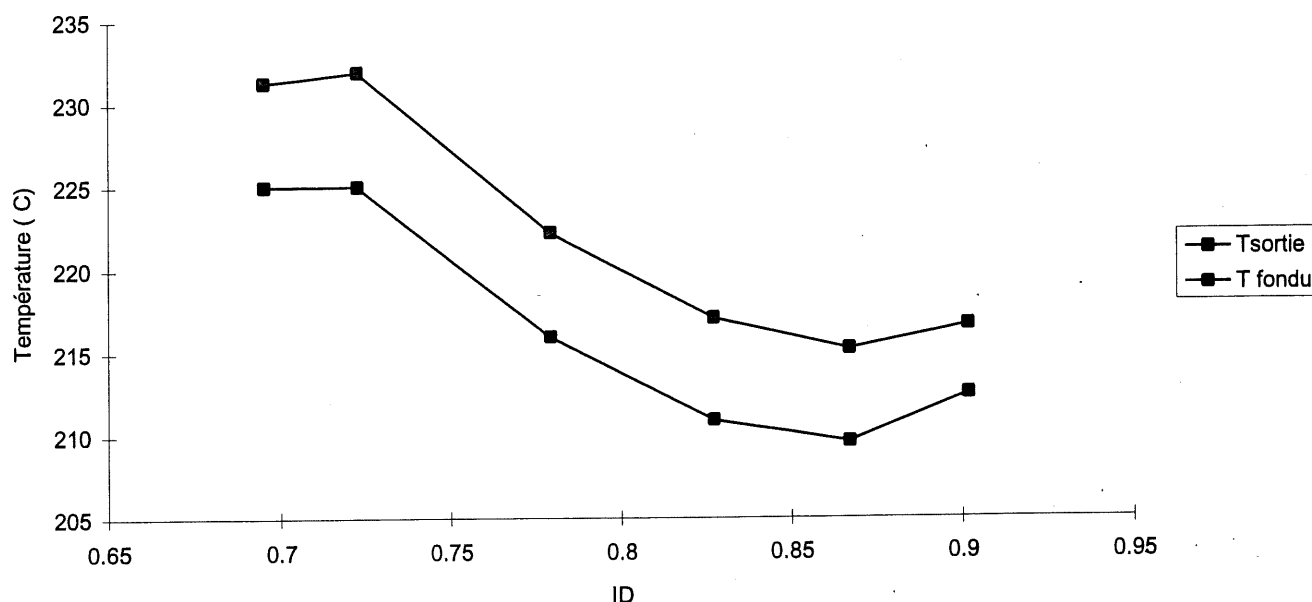
Le profil de température semble avoir un impact important sur la dispersion. Ess et Hornsby [Ess et Hornsby 1987] ont tenté de varier la température et de vérifier la dispersion (par une méthode différente) au long de la vis. À la sortie, peu importe le profil utilisé<sup>3</sup>, ils avaient à-peu-près la même dispersion à la sortie. Leur indice de dispersion est basé sur le diamètre moyen des particules. Dans le cas présent, il en est autrement. On observe des variations de l'indice de Suetsugu de 0.65 à 0.95 sur une échelle variant de 0 à 1. Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait qu'Ess et Hornsby ont effectués un prémélange avant de produire un profilé par extrusion. Après avoir pris des échantillons tout le long de la vis, ils ont observé que l'étape critique de dispersion se situait dans les premières sections de baril. Cependant, ils ont également observé que le cisaillement favorisait le processus de dispersion en variant la configuration de la vis. C'est peut-être le lien qui peut être fait avec les présents résultats. En chauffant davantage dans les premières sections de baril, on favorise la dispersion [Ess et Hornsby 1987]. Dans les dernières sections de baril, une diminution de température est associée à une augmentation de la viscosité donc une augmentation du cisaillement (voir équations 3.1 et 3.2). On observe au tableau D.2c une amélioration systématique à chaque fois qu'on diminue la température de sortie et qu'on augmente la température d'entrée. En regroupant sous forme de classes de dispersion comme il fut fait pour le débit, la tendance est confirmée (voir graphique 5.4). Pour confirmer ces hypothèses, il faudrait faire davantage d'essais à différents profils de température. On peut même essayer des profils de température inverses (exemple : 220-175°C). Cependant, il faut prendre garde de ne pas trop chauffer le polymère qui pourrait alors se dégrader. Le coefficient de Fisher calculé sur l'ensemble des données en tenant compte de la température de sortie est satisfaisant et le coefficient de régression laisse entrevoir la possibilité d'une relation plus profonde entre ces paramètres (voir tableau E.1).

Tel qu'on peut le remarquer au tableau D.2a, la concentration de charge affecte très peu la dispersion. Cette observation est renforcée par la valeur du coefficient de détermination  $r=0.126$ . Parmi les variables

---

<sup>3</sup> Les trois profils de température utilisés par Ess et Hornsby étaient 165-200°C, 185-220°C et 205 à 240°C.

manipulées, c'est celle qui semble affectée le moins la dispersion. Cependant, des travaux antérieurs semblent contredire cette observation [Suetsugu 1990a, Gendron et coll. 1994a].



Graphique 5.4 : Relation entre la température et l'indice de dispersion

L'effet de la vitesse de rotation des vis n'est pas aussi clair. Pour des conditions d'opération identiques, la vitesse de la vis ne semble pas avoir d'incidence claire sur l'indice de dispersion (tableau D.2e). Le coefficient de détermination est présenté au tableau E.1, et exprime la possibilité qu'un lien de type linéaire unisse les deux variables sur lesquelles ce facteur est calculé. La raison qui porte à croire à une réalité plus complexe vient de la dichotomie cisaillement -temps de résidence. En augmentant la vitesse de rotation des vis, on cisaille davantage mais le temps de résidence diminue (bien que cet effet soit moins important que dans le cas d'une variation de débit). Il peut s'ensuivre la dégradation partielle du polymère si le cisaillement est tel qu'il provoque ce phénomène. Aussi, l'effet de la vitesse de rotation de la vis peut être noyé par ces autres facteurs d'où la complexité de l'analyse de cette variable.

### 5.3.2 Relation entre la dispersion et les variables mesurées

#### 5.3.2.1. Propriétés ultrasonores

Les conditions d'opération utilisées permettent de changer la qualité de la dispersion. La variabilité obtenue de l'indice de dispersion est suffisante pour permettre une analyse [0.69-0.91].

Étant donné que l'atténuation et la vitesse ultrasonore sont affectés par la pression, la température et la fraction massique de  $\text{CaCO}_3$ , il faut mettre un bémol important lors de l'analyse. Les relations qui existent

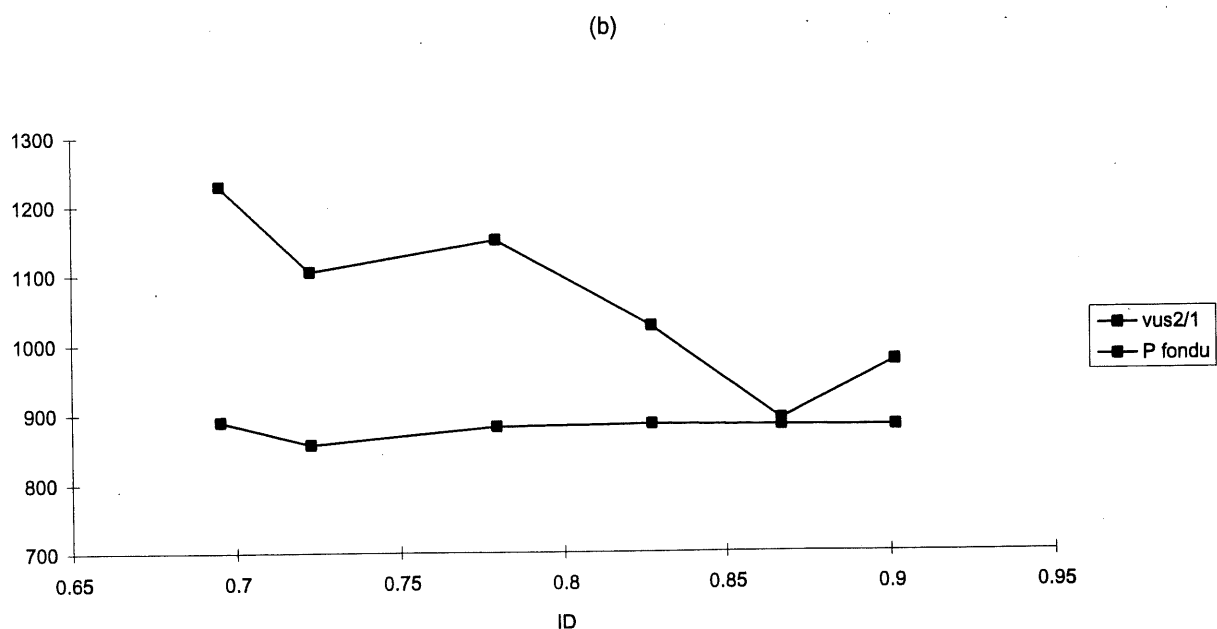
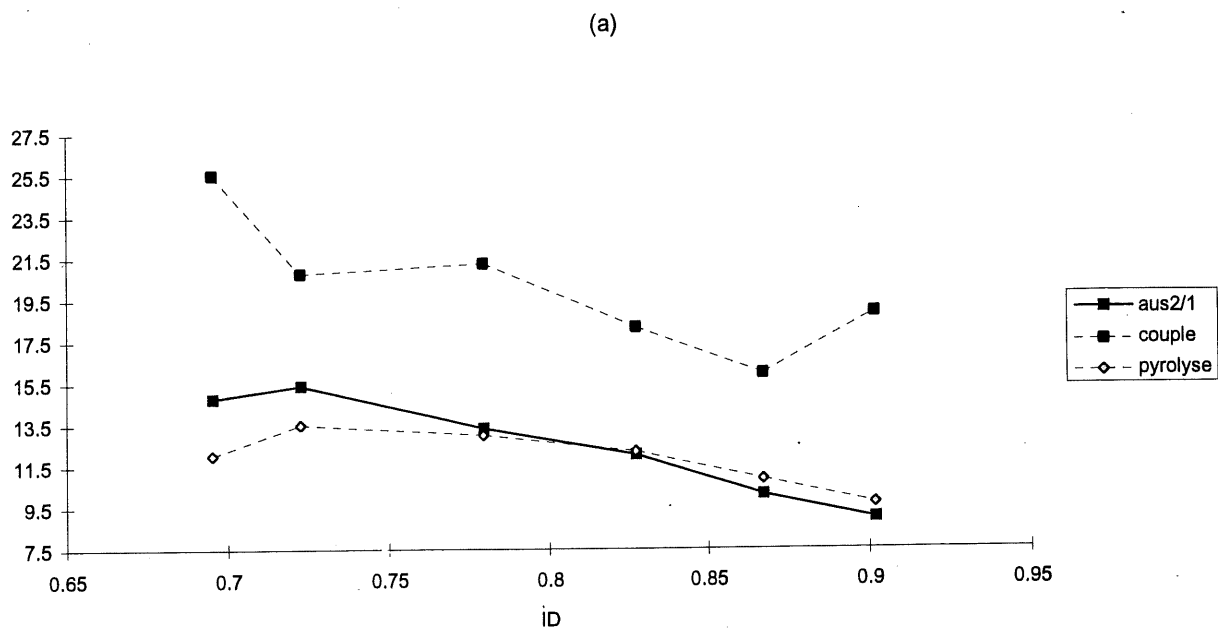
entre ces propriétés ultrasonores et l'indice de dispersion sont difficiles à extraire. Si on minimise les effets de température, pression et de concentration, on note que l'atténuation va en général dans le sens contraire de l'indice de dispersion tandis que la vitesse ultrasonore ne changera pas beaucoup. D'ailleurs, au graphique 5.2a, on n'a noté qu'une très faible variation couverte par l'erreur expérimentale) pour la vitesse ultrasonore en fonction du traitement ce qui porte à croire qu'il n'y a pas vraiment de lien entre ces deux variables. D'autre part, le graphique 5.2b renforce l'hypothèse de la décroissance de l'atténuation pour une amélioration de la dispersion. Malgré tout, il faut prendre garde aux conclusions hâtives car, on l'a déjà dit, les propriétés ultrasonores sont affectées par de nombreuses conditions d'opération qui sont difficiles à différencier les unes des autres.

#### *5.3.2.2 Autres variables mesurées*

Le couple imposé à la vis semble avoir une tendance décroissante à mesure que l'indice de dispersion augmente. Les coefficients de détermination et de Fisher portent à croire à une relation possible entre la dispersion et le travail mécanique. Ce travail semble lié à la température dans une certaine mesure puisqu'il est légèrement moins important à température plus élevée ce qui porte à penser qu'il témoigne en partie de la viscosité du matériau mais puisqu'il est une mesure du débit (voir relation 5.1) et que celui-ci a un fort impact sur le niveau de dispersion, alors le taux de cisaillement (donc le couple) sera lié de la même façon à l'indice de dispersion. Dans ce cas-ci, et dans le cas de la contrainte de cisaillement comme il sera expliqué plus loin, la dégradation du matériau peut affecter ces valeurs.

Les variations de pression observées montrent une tendance inversement proportionnelle en fonction de l'indice de dispersion (tableau D.3) avec des coefficients de détermination et de Fisher satisfaisants pour émettre l'hypothèse d'une relation possible entre ces valeurs et la dispersion. Cependant, la pression est fonction du débit de carbonate de calcium et de polypropylène et de la température. Il est difficile de voir si la variation totale de pression peut être expliquée entièrement par ces valeurs. Si on pense à la pression en terme de gradient donc de contrainte de cisaillement, on observe une relation qui semble inversement proportionnelle (Fisher = 33.9 et  $r = 0.499$  pour données brutes).

L'accroissement du débit étant lié à une chute du temps de résidence, la durée du cisaillement n'est pas suffisamment importante pour améliorer la dispersion. C'est ce qu'on peut observer aux tableaux D.2a et d. Pour un débit constant, si on augmente la température on diminue la viscosité alors le cisaillement diminue également ce qui entraîne une diminution de la dispersion. Ceci est observé au tableau D2c expliqué à travers l'équation 3.2.



Graphique 5.5 : Relations existantes entre (a) l'atténuation, l'ampérage (b) la vitesse ultrasonore et la pression de l'écoulement fondu, avec la dispersion du carbonate de calcium dans la phase majeure

#### 5.4 Conclusion partielle

En résumé, les débits sont évidemment les seules variables manipulées affectant la concentration massique de charges dans le polypropylène. La relation est donnée par 5.1. Dans une optique de contrôle, on voudra utiliser les variables mesurées pour modéliser les variables cibles. Pour avoir un modèle complet, il importe d'y inclure, toutes les variables affectant les variables cibles mais aussi les propriétés ultrasonores puisque c'est le lien que l'on veut mettre en évidence. Il en sera de même lorsque la dispersion sera la variable à quantifier. Il est impossible d'éliminer avec certitude l'une ou l'autre des variables mesurées à ce stade-ci que ce soit pour déterminer la fraction massique de charge, l'indice de dispersion ou les deux à la fois en raison des interactions complexes.

Les relations sont trop complexes pour être bien capables de les analyser dans un espace linéaire. Logiquement, une modélisation subséquente faisant appel à la non-linéarité permettrait d'effectuer le suivi en-ligne de la variation de l'indice de dispersion si la technique de modélisation est choisie judicieusement.



## 6. LA MODÉLISATION PAR LES RÉSEAUX DE NEURONES

### 6.1. Les techniques de modélisation pour les systèmes non-linéaires

Dans cette partie, on expliquera les techniques de modélisation les plus utilisées soit les méthodes de régression et les méthodes analytiques. Puis, on définira diverses techniques issues de l'intelligence artificielle et on expliquera dans quels domaines elles sont utilisées habituellement. Les réseaux de neurones ont été choisis comme outil de modélisation en raison de la complexité des phénomènes qui surviennent au cours de la production d'un polymère chargé dans une extrudeuse baxis.

#### 6.1.1 Les techniques de régression

Les techniques de régression sont couramment utilisées pour l'obtention d'un modèle mathématique. On réalise d'abord des expériences permettant l'identification des effets de chaque variable significative d'entrée d'un système sur la sortie de ce système. C'est le plan d'expériences (pour un exemple, voir la section 3.2). Après l'analyse des données obtenues de cette façon, on peut faire l'hypothèse d'un modèle (linéaire, premier ordre, second ordre, logarithmique, exponentiel, etc) et tester celle-ci pour en vérifier la validité. Cette vérification se fait à l'aide de critères statistiques comme le coefficient de corrélation, l'analyse des résidus (erreur) et les tests pour vérifier si le modèle calculé colle bien aux mesures effectuées ("lack-of-fit-test").

Ces méthodes sont beaucoup utilisées pour les modèles linéaires puisque beaucoup de logiciels existent pour traiter ces cas à peu d'efforts. Cependant, on ne peut les appliquer que pour un système possédant une seule sortie. Si on a une co-linéarité, c'est-à-dire deux cas donnant le même résultat, il se peut que la technique ne puisse permettre d'obtenir un modèle qui convienne. De plus, les efforts consacrés à l'obtention d'un modèle peuvent devenir gigantesques dans le cas de modèles plus compliqués. Cependant, si on réduit la plage de travail de chaque variable pour qu'une approximation par un modèle linéaire soit possible, les méthodes de régression peuvent souvent convenir. C'est pourquoi ces méthodes sont largement utilisées dans l'industrie.

#### 6.1.2 Les techniques analytiques

La rhéologie et les équations de mouvement à plusieurs dimensions permettent de comprendre les phénomènes d'écoulement dans des canaux de différentes formes d'une extrudeuse. Quelques fois, il est difficile de résoudre le système d'équations et on doit utiliser des techniques comme celle des éléments

finis. POLYCAD en est un exemple [Kalyon et coll. 1988, O'Brien 1992, Kalyon et coll. 1989b]. En raison de la complexité de l'écoulement dans les extrudeuses multivis et parce que ces procédés n'ont pas reçu de traitement théorique assez complet, on n'a pas vraiment accompli de simulation à l'exception du logiciel POLYCAD. Ce dernier permet de simuler un écoulement dans une bivis pour un fluide ayant un comportement newtonien et dont la viscosité suit la loi de puissance, le modèle de Carreau ou un comportement du type log-polynomial. POLYCAD existe en une et deux dimensions seulement. L'écoulement doit être asymétrique ou dans un plan en 2D et en 1D, le logiciel fonctionne pour un écoulement développé dans des canaux de forme arbitraire. En fait, le logiciel POLYCAD solutionne des équations de mouvement en utilisant les éléments finis. Cependant, il ne permet pas encore la versatilité qui est propre aux procédés d'extrusion multivis. Néanmoins, les résultats obtenus sont satisfaisants mais les applications sont encore limitées par les hypothèses mentionnées ci-haut. Ainsi, des limitations surviennent lorsque le processus étudié ne correspond pas aux hypothèses formulées comme l'écoulement développé et le continuum de la matière. Puisqu'ici on a un écoulement comportant deux matières immiscibles, le degré de difficulté augmente en même temps que les restrictions, du point de vue de la méthode. On donc là dans la modélisation par les techniques analytiques mais cela n'est pas adapté à un problème de dispersion.

### 6.1.3 Les techniques de l'intelligence artificielle

#### a) Les systèmes experts

Un système expert résout des problèmes qui sont normalement solutionnés par des experts humains. Un système expert comprend une base de connaissances qui peut être représentée sous forme de règles de production. Étant donné que les règles sont explicitées, il est possible de suivre le raisonnement qui mène à une conclusion de ces règles.

Un système expert résout le problème à l'aide de la base de connaissances qui lui a été implantée. Donc, pour en construire un, il faudra qu'une source d'informations, experte dans le domaine concerné, soit disponible et qu'ils soit capable de traduire ses connaissances en un formalisme cohérent. On réalise un système expert lorsqu'on dispose d'une expertise et quand des explications seront nécessaires quant au cheminement effectué pour en arriver à une certaine conclusion. Cependant, le développement d'un tel système peut prendre plusieurs mois ou plus si le problème est complexe [Caudill 1991]. Plusieurs applications existent dans la mise en forme des plastiques [Anon 1988, Diraddo et coll. 1993, Hunkar et Mastine 1991].

## b) Les réseaux de neurones

Un réseau de neurones est constitué de noeuds (neurones) connectés les uns les autres selon une architecture définie. Les valeurs des noeuds sont modifiées grâce à des algorithmes d'optimisation choisis qui constituent la loi d'apprentissage. Les plages de valeurs et la continuité de ces valeurs sont déterminées par une fonction d'activation choisie par le concepteur du réseau. Au lieu d'être représentée par des règles comme dans les systèmes experts, la connaissance est distribuée à travers le réseau. C'est pourquoi le dernier est vu comme une boîte noire dont il est difficile d'interpréter les paramètres internes.

Dans la pratique, les réseaux de neurones se distinguent des autres techniques de l'intelligence artificielle et des méthodes de régression par l'effort consacré pour l'obtention d'un modèle assez complexe. Il est très minime ici. Les réseaux de neurones ne prennent que quelques semaines à quelques mois pour être mis au point. En plus du temps nécessaire à leur mise sur pied, ils sont très flexibles. Par contre, aucune explication n'est donnée quant aux résultats obtenus puisque les connaissances sont distribuées à travers le réseau [Caudill 1991]. Les domaines d'application des réseaux de neurones sont la classification de données, la modélisation, la prédiction, l'optimisation et le traitement de signal. Plus particulièrement, le domaine des procédés industriels a donné plusieurs opportunités pour utiliser cet outil : la modélisation des procédés, l'optimisation des procédés, comme système de contrôle en boucle ouverte pour aider la surveillance du procédé, pour la prédiction de la qualité du produit en continu, le contrôle statistique de procédés (multivarié, prédictif, etc), organisation du calendrier de la maintenance préventive, la validation de senseurs (donnant lieu à des alarmes si des problèmes surviennent), le contrôle en temps réel. Les réseaux de neurones ont été dans le domaine des polymères (Bos, Bos et Van der Linden 1992) et dans la prédiction de paramètres de qualité en moulage par injection (Potente et Wendehals 1994).

Le phénomène étudié est complexe à cause des effets inverses et ne semble pas linéaire. Dès lors, les méthodes de régression qui sont excellentes pour les systèmes linéaires doivent être écartées. Compte tenu que les phénomènes menant à une dispersion donnée sont mal compris, les techniques analytiques sont éliminées. Étant donné le manque de connaissances de la phénoménologie du système, on s'est tourné vers une démarche empirique soit les réseaux de neurones. La prochaine section permettra d'exposer les particularités de ceux-ci.

## 6.2. Les réseaux de neurones

Un bref historique permettra au lecteur de mieux voir où on en est avec les réseaux de neurones. Puis, on montrera plus en détails le fonctionnement d'un réseau de neurone très populaire : le réseau de neurones à connections unidirectionnelles avant et à apprentissage par rétropropagation de l'erreur.

### 6.2.1 Historique

Les premières ébauches de réseaux de neurones furent réalisées en 1943 par McCullough et Pitts, qui s'inspirèrent des mécanismes du cerveau humain telle qu'on les connaissait à l'époque. On y voyait de simples éléments connectés entre eux. Plusieurs entrées communiquent avec un noeud qui, à l'aide d'une fonction de transfert ou d'activation, calcule la sortie. À l'époque, la fonction de transfert utilisée est l'échelon. Aussi, on a un ensemble limité de possibilités pour les valeurs de sortie. Si la somme des entrées dépasse une valeur seuil, on active la sortie. Sinon, on la rend inactive. Ainsi, le neurone de sortie a deux états possibles. De plus, il dépend seulement des entrées. Le neurone de base est montré à la figure 6.1. Pour plus de détails sur les travaux antérieurs, on peut lire [Ashby 1952, Minsky 1954, Minsky et Papert 1969, Block 1962].

En 1959, Widrow de Stanford développa un modèle adaptatif linéaire [Widrow et Hoff 1960]. Ce fut le premier projet de réseau de neurones qui s'attaquait à un vrai problème dans le monde réel (élimination des échos sur les lignes téléphoniques). Widrow introduit le biais, un noeud servant à exprimer le seuil, à travers le système ADALINE (*adaptive linear element*) et son successeur, MADALINE (*multiple adaptive linear elements*), dans lequel ils connectèrent plusieurs de ces éléments simples entre eux pour former un réseau.

En 1962, Rosenblatt [Rosenblatt 1962] mit au point un des premiers modèles de réseau de neurones sur les bases des travaux précédents. Connectés entre eux de façon unidirectionnelle, les neurones forment un réseau nommé perceptrons. La fonction de transfert demeure l'échelon. À l'aide d'un algorithme d'optimisation, on minimise l'écart entre les valeurs prédites par le réseau de neurones et les valeurs mesurées. Le gradient simple est un exemple d'algorithme d'optimisation. Cette technique permet de classer n'importe quel problème avec des données linéairement séparables [Rich et Knight 1990]. Rosenblatt fut pionnier dans la simulation de réseau de neurones par ordinateur.

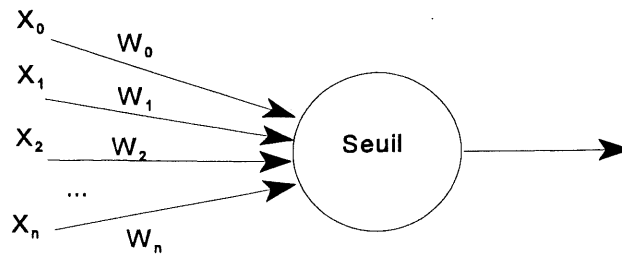


Figure 6.1 : Neurone de base

L'amélioration de la vitesse d'exécution des ordinateurs, la construction des ordinateurs parallèles et surtout grâce à l'apparition d'algorithmes de calcul plus performants et de nouvelles architectures, ont permis de développer, dans les années 80, les réseaux de neurones [Rich et Knight 1991]. La sigmoïde est la fonction d'activation qui est la plus souvent utilisée maintenant. Les réseaux modernes comprennent des couches de noeuds cachés entre les entrées et les sorties. La nouvelle loi d'apprentissage s'appliquant à ces réseaux est la règle du delta généralisée ou règle de rétropropagation [Werbos 1974, Parker 1982, Rumelhart et coll. 1986a,b,c, Widrow et Hoff 1960].

Par la suite, en 1986, Rumelhart et McClelland [Rumelhart et coll. 1986a,b,c] développèrent un réseau par rétropropagation (*backpropagation*) qui est encore couramment employé aujourd'hui. Le réseau utilisant cet algorithme est composé d'une couche d'entrées, d'une couche de sorties et d'une ou plusieurs couches cachées.

### 6.2.2 L'apprentissage dans un réseau de neurones

Il y a deux grandes classes de méthodes d'apprentissage soit les réseaux supervisés et non-supervisés. L'apprentissage supervisé ressemble au renforcement positif [Barto 1985 dans Rich et coll. 1990]. Il consiste à présenter des entrées au réseau qui calcule alors une sortie. Un superviseur indique si c'est ou non une bonne réponse. Les poids sont alors modifiés et le réseau atteindra un état stable après plusieurs itérations de ce type. L'entraînement non-supervisé consiste en un réseau de neurones dans lequel les valeurs cibles d'entraînement ne sont pas données. Le réseau gère cette information et fait lui-même des classes. Seuls les réseaux de neurones supervisés seront investigués.

### 6.2.3 Structure des réseaux de neurones

Un réseau de neurone est défini par ses trois composantes : sa fonction de transfert, son architecture et sa loi d'apprentissage (ou algorithme de calcul). Le type de réseau le plus couramment utilisé est celui à connexion unidirectionnelle par rétro propagation de l'erreur.

Ce type de réseau de neurones comprend un vecteur d'entrées, un vecteur de sorties et entre les deux, un ou plusieurs vecteurs, chacun constituant une couche cachée [Werbos 1974, LeCun 1985, Parker, 1985, Rumelhart et coll. 1986]. Chaque vecteur est constitué de noeuds. Comme on peut le voir à la figure 6.2, chaque noeud d'une couche est relié à chaque noeud de la couche suivante par une connexion unidirectionnelle. Généralement, le réseau comprend pour chaque couche, un noeud dont la valeur est 1; ce noeud est appelé le biais et sert de seuil pour la fonction d'activation.

Avant de pouvoir être utilisé, le réseau doit être soumis à une phase d'apprentissage. Si on utilise la fonction sigmoïde, un réseau à trois couches (1 couche cachée) et que la règle d'apprentissage est celle par rétropropagation de l'erreur alors, le fonctionnement de l'algorithme comprend les étapes suivantes. Chaque connexion a une valeur numérique qui lui est attachée qu'on appelle poids. Ces poids sont modifiés par un algorithme de calcul et le plus classique est celui de rétropropagation. Au départ, les poids ont des valeurs aléatoirement choisies ou imposées par l'utilisateur. À partir des entrées, les noeuds des couches cachées sont calculés (équation 6.1). Les noeuds de sortie sont calculés à partir de la valeur des noeuds cachés de la même façon [Rich et Knight 1991]. Pour déterminer dans quel intervalle et quelles valeurs pourront prendre les valeurs de sortie, on doit définir une fonction d'activation. On la définit comme un poids critique à partir duquel le signal sera envoyé d'un noeud aux noeuds qui lui sont connectés. L'utilisation de ces fonctions permet d'élargir l'éventail des problèmes pouvant être résolus par les réseaux de neurones [Rich et Knight 1991, Lawrence 1991]. L'équation 6.1 correspond à une fonction d'activation de type sigmoïde. Cette fonction bornée permet la modélisation de phénomènes très complexes mais ne permet que des valeurs comprises entre -1 et 1 ou 0 et 1.

On commence par utiliser ces équations pour le calcul des sorties des noeuds cachés puis pour les sorties du réseau. Pour calculer l'entrée d'un noeud caché ou d'une sortie, on se sert de 6.2 qu'on substitue dans 6.1. Une fois que la valeur des noeuds de sortie a été trouvée, on calcule l'erreur entre les valeurs calculées et les valeurs cibles ainsi que celle sur les noeuds cachés en utilisant l'équation 6.3. Les poids sont modifiés en partant de la sortie vers les noeuds cachés (équation 6.4). On calcule alors l'erreur sur les noeuds cachés (6.5). Puis, on modifie les poids entre la couche d'entrée et la couche cachée à l'aide de l'équation 6.4 qui est la règle du delta généralisé.

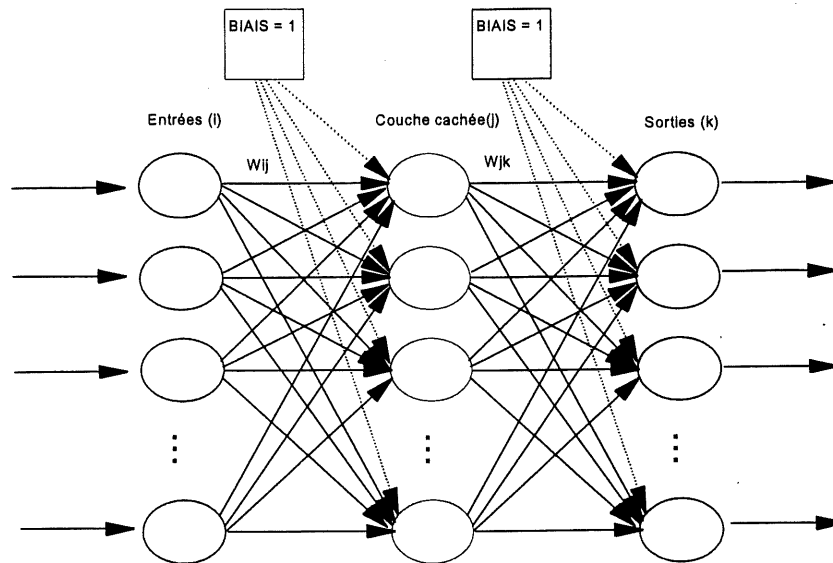


Figure 6.2 : Modèle de réseau de neurones

$$O_{i,p} = \frac{1}{1 + \exp(-I_{i,p})} \quad (6.1)$$

où

$$I_{i,p} = \sum_j w_{ji} O_{j,p} + w_{bi} O_B \quad (6.2)$$

- $I_{i,p}$  : Entrée du neurone  $i$  du patron  $p$  où on établit le calcul.  $i$  peut être une entrée ou un noeud caché ;
- $O_B$  : associé au biais (vaut toujours 1);
- $w_{bi}$  : poids du biais;
- $i$  : numéro de la sortie;
- $j$  : numéro de l'entrée;
- $p$  : numéro de l'expérience ou du patron de données.

Le processus recommence en prenant comme poids de départ ceux calculés lors de la dernière étape jusqu'à ce que l'erreur obtenue entre les sorties calculées et les valeurs cibles rencontre les critères d'arrêt.

$$d_{ip} = (T_{i,p} - O_{ip}) f'(I_{i,p}) \quad (6.3)$$

$d_{ip}$  : Erreur sur le neurone de sortie  $i$  pour le patron  $p$ ;  
 $O_{ip}$  : sortie calculée;  
 $T_{ip}$  : valeur cible;  
 $f'(I_{i,p})$  : dérivée de la fonction d'activation.

$$D_{n+1} w_{jk} = b(d_{i,p} - O_{j,p}) + a D_n(w_{jk}) \quad (6.4)$$

$b$  : taux d'apprentissage;  
 $a$  : facteur de momentum;  
 $n$  : numéro d'identification de l'itération.

$$\delta_{ip} = f'(I_{i,p}) \sum_k \delta_{kp} w_{ik} \quad (6.5)$$

$\delta_{kp}$  : Erreur sur le neurone  $k$  pour le patron  $p$ ;  
 $k$  : Le neurone à qui  $i$  dans la couche cachée, envoie sa sortie.

Les poids sont modifiés grâce à 6.4. Le réseau de neurones apprend à partir d'un certain nombre de patrons d'apprentissage constitués de vecteurs d'entrée et de sortie. Les sorties constituent le vecteur des valeurs cibles c'est-à-dire les valeurs pour lesquelles le réseau doit "apprendre" à quel vecteur d'entrée elles correspondent. Lors de la construction du réseau de neurones, on doit déterminer le nombre de couches et de noeuds cachés. Actuellement, ceux-ci sont déterminés par essais-erreurs en vérifiant les performances obtenues lors de la validation [Linko et coll. 1992, Hoskin 1988]. Pour valider les résultats obtenus après l'entraînement ainsi réalisé, on calculera un coefficient de corrélation moyen obtenu entre les données calculées par le réseau et les résultats réels [Caudill 1991, Linko et coll. 1992].

Les patrons utilisés pour la validation doivent appartenir aux mêmes intervalles que les patrons utilisés pour l'apprentissage. On présente ces patrons au réseau dont l'apprentissage est terminé et qui a, par conséquent, des valeurs de poids fixés. Les valeurs calculées par le réseau en validation sont comparées aux valeurs réelles mesurées. L'erreur de modélisation peut alors être calculée.



La fonction de transfert, l'architecture et la loi d'apprentissage d'un réseau sont ses composantes principales. À travers les étapes de développement du réseau de neurones, on a constaté que la combinaison sigmoïde, 3 couches avec rétropropagation pouvait modéliser un ensemble très varié de phénomènes complexes non-linéaires. Les détails de la structure des réseaux de neurones choisis font l'objet de la section 7.

### **6.3 Les réseaux de neurones et la technique ultrasonore**

Quelques expériences tirées de la littérature portent sur le couplage réseaux de neurones-ultrasons. Ici, les ultrasonores s'apparentent à la technique montrée en 2.2 mais gardent toutefois des différences marquées. Par exemple, Guez et coll. [Guez et coll. 1991] ont utilisé un réseau de neurones à poids partagés et un autre à connexions unidirectionnelles pour fins de comparaison dans la filtration d'images. Ils ont montré que l'épuration du bruit n'était pas nécessaire grâce aux réseaux de neurones. Ceci permet donc d'éviter les étapes de traitement ce qui en améliore l'efficacité tout en réduisant les risques d'erreurs (bien que les résultats des réseaux de neurones ne soit pas exempts d'erreurs). Dans le contrôle de la qualité de matériaux composites, on trouve quelques exemples également [Tomsen et coll. 1991, Raju Damarla et coll. 1992]. Pour plus de détails sur le couplage ultrasons-réseaux de neurones, on peut lire Sachse (1991).

### **6.4 Problématique II**

Les relations entre les variables cibles et les différentes variables influençant les dernières sont vagues et complexes. Étant donné ceci et en raison de l'insuccès des quelques essais de régression effectués, la technique des réseaux de neurones semble être le choix qui permettra l'obtention d'un modèle. Les postulats qui sous-tendent les travaux de cette deuxième partie s'expriment ainsi :

- S'il existe des relations modélisables entre les entrées et les sorties;
- si les entrées choisies circonscrivent bien les cas possibles à l'obtention des sorties;
- si les valeurs choisies circonscrivent la zone d'opération;
- alors, il est possible d'obtenir un modèle à partir des réseaux de neurones.

## **7. MISE AU POINT DU RÉSEAU DE NEURONES**

L'outil de modélisation qui fut programmé est le réseau de neurones à connections unidirectionnelles avant et à apprentissage par rétropropagation de l'erreur (voir section 6.2). Le but de ce chapitre est d'expliquer davantage tous les détails techniques et structuraux particuliers aux réseaux de neurones qui furent utilisés et d'interpréter les résultats obtenus à partir de cet outil.

### **7.1 Choix des patrons d'entraînement et de validation**

Sur la totalité des patrons de données, environ 50% servent à l'entraînement et le reste sert à valider les réseaux de neurones. L'important est de bien circonscrire les plages d'opérations et de mesure de chacun des paramètres. Aussi, le choix des patrons d'entraînement s'est fait en tenant compte des minimums et des maximums pour chacune des variables manipulées mesurées ainsi que des variables cibles. D'ailleurs, lors de la construction du plan expérimental, les plages d'opération ont été circonscrites.

À ces fins, on choisit les patrons de données correspondant aux optimums pour l'entraînement. Pour chaque cas, on regroupe les patrons ayant des conditions d'opération identiques pour toutes les concentrations de charge possible. La totalité des valeurs correspondant aux patrons d'entraînement et de validation se trouve à l'annexe F. Les patrons utilisés quand l'indice de dispersion fait partie des sorties ne comportent pas les cas à 0% de  $\text{CaCO}_3$  puisqu'aucun indice ne peut être calculé et que le réseau doit comporter une valeur ayant un sens à tous ses noeuds d'entrée et de sortie. Dans cette étude, lorsque la concentration réelle est la seule sortie, on aura 57 patrons d'entraînement et 61 pour la validation. Dès qu'on a l'indice de dispersion en sortie, 51 patrons d'entraînement et 53 de validation sont alors utilisés.

### **7.2 Choix de la structure du réseau de neurones**

Les variables de sortie du réseau sont les variables cibles qu'on veut prédire à partir de variables d'entrées. Ici, ce sont les mesures effectuées en laboratoire soient la concentration réelle de  $\text{CaCO}_3$  et l'indice de dispersion. Le réseau tel que défini plus tôt doit comporter une sortie ou plus. Aussi, les trois combinaisons possibles de variables de sortie seront expérimentées pour vérifier les performances des réseaux de neurones.

Les variables d'entrée du réseau de neurones font partie des variables manipulées et mesurées du plan d'expérience. Pour déterminer les variables d'entrée qui permettront de produire un modèle performant, on doit d'abord poser des relations en fonction des variables cibles désirées (équations 7.1 à 7.9). La relation de la pyrolyse avec les variables manipulées, mesurées ou les deux à la fois est assez bien

connue. Elle sont des sous-ensembles des 3 premières relations présentées. Elles ont été simulées afin de connaître la capacité du réseau de neurones à dresser une relation à partir de variables d'entrées dont certaines n'ont pas de liens avec les sorties et d'autre part, dans le but de prévoir les effets de l'erreur d'estimation de la fraction de charge réelle dans le cas où on désire avoir une réponse à la fois pour cette variable et pour l'indice de dispersion. On privilégiera les variables mesurées dans l'établissement du modèle puisqu'elles permettront de prédire les variables de sortie même si des problèmes surviennent au niveau des conditions d'opération.

La partie 5.2.1 a montré les liens existants entre P1, P2, P3, Pmelt, la contrainte de cisaillement et le débit pour la géométrie de filière adoptée. On ajoutera tout de même toutes ces variables à la fois car la contrainte de cisaillement seule donne indirectement le gradient de pression vers la sortie, parce que Pmelt indique ce qui se passe avant le dernier changement de géométrie de canal d'écoulement et car P1, P2, P3 donnent des valeurs absolues des pression vers la sortie. En ajoutant le débit, le réseau pourra connaître approximativement la valeur de la viscosité en continu donc du niveau de cisaillement et par conséquent, de la dispersion (voir équation 3.2). Les réseaux de neurones ont la capacité de gérer les surplus d'information, les variables inutiles ou contenant du bruit. Aussi, même si tous ces paramètres ne sont pas nécessaires, ils ne sont pas supposés nuire aux résultats obtenus. De plus, ces précautions prémuniront contre un changement de géométrie de la filière sans qu'on ait à recommencer tout l'entraînement du réseau.

$$\Phi_R = f(\text{Type}, T_s, Q_{pp}, \text{RPM}_d, \Phi_d) \quad (7.1)$$

$$\Phi_R = f(V_{2/1}, A_{2/1}, \text{RPM}_M, A, M_T, M_P, P_1, P_2, P_3, \text{Stress}) \quad (7.2)$$

$$\Phi_R = f(\text{Type}, T_s, Q_{pp}, \text{RPM}_d, \Phi_d, V_{2/1}, A_{2/1}, \text{RPM}_M, A, M_T, M_P, P_1, P_2, P_3, \text{Stress}) \quad (7.3)$$

$$\text{ID} = f(\text{Type}, T_s, Q_{pp}, \text{RPM}_d, \Phi_d) \quad (7.4)$$

$$\text{ID} = f(V_{2/1}, A_{2/1}, \text{RPM}_M, A, M_T, M_P, P_1, P_2, P_3, \text{Stress}) \quad (7.5)$$

$$\text{ID} = f(\text{Type}, T_s, Q_{pp}, \text{RPM}_d, \Phi_d, V_{2/1}, A_{2/1}, \text{RPM}_M, A, M_T, M_P, P_1, P_2, P_3, \text{Stress}) \quad (7.6)$$

$$g(\Phi_R, \text{ID}) = f(\text{Type}, T_s, Q_{pp}, \text{RPM}_d, \Phi_d) \quad (7.7)$$

$$g(\Phi_R, \text{ID}) = f(V_{2/1}, A_{2/1}, \text{RPM}_M, A, M_T, M_P, P_1, P_2, P_3, \text{Stress}) \quad (7.8)$$

$$g(\Phi_R, \text{ID}) = f(\text{Type}, T_s, Q_{pp}, \text{RPM}_d, \Phi_d, V_{2/1}, A_{2/1}, \text{RPM}_M, A, M_T, M_P, P_1, P_2, P_3, \text{Stress}) \quad (7.9)$$

$\Phi_R$	:	Fraction massique de charge réelle;
ID	:	Indice de dispersion;
Type	:	Type de carbonate de calcium utilisé (ST ou N-ST);
$T_s$	:	Température de sortie de l'extrudeuse;
$Q_{pp}$	:	Débit massique de polypropylène;
$RPM_d$	:	Vitesse de rotation de la vis demandé;
$\Phi_d$	:	Fraction massique de charge demandée;
$V_{2/1}$	:	Vitesse ultrasonore;
$A_{2/1}$	:	Atténuation de l'onde ultrasonore;
$RPM_M$	:	Vitesse de rotation de la vis mesurée;
A	:	Couple imposé à la vis (ampérage);
$M_T$	:	Température de l'écoulement fondu ( $T_{melt}$ );
$M_P$	:	Pression de l'écoulement fondu ( $P_{melt}$ );
$P_1$	:	Pression no. 1;
$P_2$	:	Pression no. 2;
$P_3$	:	Pression no. 3;
Stress	:	Contrainte de cisaillement calculé par le profil de pression obtenu.

En deuxième étape, on vérifie quelle est la structure optimale en faisant varier le nombre de noeuds cachés pour un ensemble entrées-sorties données. Les résultats de ces travaux sont contenus à l'annexe G. Pour chaque itération, on calcule l'erreur au carré, les erreurs moyennes et maximums pour l'ensemble d'entraînement et celui de validation. De là, on calcule un facteur de qualité qui varie de 1 à 120. Il est décrit par l'équation 7.10 et a été utilisé par Frédérique Renard en 1995 [Renard 1995]. Il fonctionne comme suit. Après avoir classé les cas en fonction des valeurs calculées, on attribue des valeurs en fonction de la performance obtenue. Celui-ci permet de déterminer l'itération correspondant à la meilleure performance à l'intérieur de ce même réseau. C'est ce qu'on appellera le *point optimal de convergence*.

$$FQ = \Sigma(m-rang(i)) \quad (7.10)$$

i	:	Erreur sur entraînement ou sur validation (kmax, vmax, kmoy, vmoy, ke2, ve2);
m	:	Nombre d'itérations qui sont retenues

Les valeurs de kmoy, vmoy, kmax, vmax sont calculées selon les équations suivantes :

$$kmoy = (\sum abs(Y_{pk} - O_{pk/e})) / nk \quad (7.11)$$

$$vmoy = (\sum abs(Y_{pk} - O_{pk/v})) / nv \quad (7.12)$$

$$kmax = Max(abs(Y_{pk} - O_{pk/e})) \quad (7.13)$$

$$vmax = Max(abs(Y_{pk} - O_{pk/v})) \quad (7.14)$$

$$ke2 = 0.5 (\sum (Y_{pk} - O_{pk/e})^2) \quad (7.15)$$

$$ve2 = 0.5 (\sum (Y_{pk} - O_{pk/v})^2) \quad (7.16)$$

$Y_{pk}$	:	Sortie mesurée de l'expérience p;
$O_{pk}$	:	Sortie calculée de l'expérience p;
e	:	symbolise les patrons d'entraînement;
v	:	symbolise les patrons de validation;
kmoy	:	écart moyen pour les patrons d'entraînement;
vmoy	:	écart moyen pour les patrons de validation;
kmax	:	écart maximum pour les patrons d'entraînement;
vmax	:	écart maximum pour les patrons de validation;
ke2	:	somme des erreurs au carré pour les patrons d'entraînement;
ve2	:	somme des erreurs au carré pour les patrons de validation.

Le facteur de qualité est utile pour trouver le meilleur compromis pour un réseau de neurones ayant une structure donnée. Pour comparer des réseaux ayant des structures différentes, on a emprunté des indices aux méthodes statistiques. Le réseau de neurones fournit les valeurs calculées des variables cibles et non pas des coefficients d'une équation quelconque. Le traitement effectué peut donner l'état des noeuds du point optimal de convergence. Une technique respectant ce phénomène est celle de la régression à pas avant [Walpole et Myers 1989]. Pour utiliser cette méthode, on a besoin des valeurs de sortie mesurées et calculées, ce que fournit le réseau programmé. On calcule la somme des carrés de la régression pour chaque variable cible :

$$SSR_i = \sum_{p=1}^{nk+nv} (o_{i,p} - \bar{t}_i) \quad (7.17)$$

$SSR_i$	:	Somme des carrés de la régression pour la variable i;
$o_{i,p}$	:	variable de la sortie i, calculée;
$\bar{t}_i$	:	moyenne sur l'ensemble des mesures de la variables i;
nk	:	nombre de patrons d'entraînement;
nv	:	nombre de patrons de validation;

- i : numéro de la sortie correspond à une variable;  
p : numéro de l'expérience;

On calcule la somme des carrés des valeurs mesurées :

$$SST_i = \sum_{p=1}^{nk+nv} (t_{ip} - \bar{t}_i)^2 \quad (7.18)$$

- $t_{ip}$  : variable cible mesurée;  
 $SST_i$  : Somme des carrés des valeurs mesurées pour la variable i;

Le coefficient de corrélation  $(R(\beta)_i^2)$  est défini comme suit :

$$R(\beta)_i^2 = \frac{SSR_i}{SST_i} \quad (7.19)$$

Plus la valeur de  $(R(\beta)_i^2)$  est élevée, meilleure est la corrélation. Donc  $SSR_i$ , puisque  $SST_i$  est constant pour le même i, ou  $(R(\beta)_i^2)$  permettront de comparer les réseaux entre eux. C'est aussi ce critère qui servira à déterminer le nombre de noeuds cachés optimal.

On calcule la moyenne du carré de l'erreur ( $s_i^2$ ), ce qui permettra de calculer le coefficient de Fisher ( $f_i$ ) pour vérifier si le modèle obtenu donne une réponse en deçà d'une précision prédéterminée par l'utilisateur. Ce critère permettra d'évaluer les performances du réseau.

$$s_i^2 = \frac{\sum_{p=1}^{nk+nv} (O_{ip} - t_{ip})^2}{nk+nv} \quad (7.20)$$

$S_i^2$  est identifié Emoy2 dans les tableaux de l'annexe G.

$$f_i = \frac{R(\beta)_i^2}{s_i^2} \quad (7.21)$$

Le coefficient de Fisher est comparé par rapport à un critère préétabli  $f_\alpha(1,ddl)$  où  $\alpha$  est l'incertitude admissible; le nombre de degré de liberté (ddl), est déterminé par le nombre de connections ou poids modifiables pour en arriver à un réseau représentant le modèle donné. Il se calcule comme suit :

$$ddl = n_h (n_e + 1) + n_s (n_h + 1) - n_e \quad (7.22)$$

- $n_e$  : nombre d'entrées;  
 $n_h$  : nombre de noeuds cachés;  
 $n_s$  : nombre de noeuds de sortie.

Cette équation s'applique pour une couche cachée seulement. Les poids des biais sont également inclus dans le calcul du nombre de degrés de liberté. Le modèle est valable si  $f_i > f_{\alpha}(1,ddl)$ . Une dernière étape avant de bâtir le modèle final est de trouver la structure optimale. On calcule les  $SSR_{\phi}$  et  $SSR_{ID}$  pour différents nombres de noeuds cachés en ayant toujours comme base de départ, les relations 7.1 à 7.9. On choisit d'abord le meilleur réseau de neurones en comparant les SSR (les SST sont constants). Ceux calculés par le programme de réseaux de neurones sont inscrits au tableaux de l'annexe G. Les résultats relatifs aux relations 7.1 à 7.3 sont exprimés aux graphiques H.1a, b, H.2a, b, H.3a et b. On a fait varier le nombre de noeuds cachés sur une plage de 3 à 10. Le meilleur réseau semble se situer à 9, 6 et 8 noeuds cachés respectivement pour les relations 7.1, 7.2 et 7.3 (voir annexe G). Il ne semble pas y avoir de tendance bien établie entre le nombre de noeuds cachés et le SSR (ou Fisher), où les critères  $k_{max}$ ,  $v_{max}$ ,  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$  ou  $E2_{moy}$ . Trouver le nombre de noeuds cachés optimal se fait donc par essai-erreur. Aussi, il se pourrait bien que des structures encore meilleures se trouvent en dehors de la plage de 3 à 10 noeuds cachés.

Les résultats relatifs à la relation 7.4 à 7.6 sont exprimés aux graphiques H.4a, b, H.5a,b, H.6a et b. Pour ces relations, la structure optimale se situe à 3, 8 et 6 noeuds cachés sur la plage de 3 à 10 noeuds respectivement. Pour les combinaisons des relations 7.7 à 7.9, on a trouvé l'optimum à 6, 7 et 10 noeuds cachés (graphiques H.7a-e, H.8a-e et H.9a-e). Les calculs effectués pour ce réseau sont faits à partir des sommes des critères pour chaque variable.

$$SSR_{\phi, ID} = SSR_{\phi} + SSR_{ID} \quad (7.23)$$

$$SST_{\phi, ID} = SST_{\phi} + SST_{ID} \quad (7.24)$$

$$s^2_{\phi, ID} = s^2_{\phi} + s^2_{ID} \quad (7.25)$$

### 7.3 Choix des autres paramètres des réseaux de neurones

Les taux d'apprentissage et le facteur de momentum dont il fut question à la section 6.2.3 ont été fixés à 1 pour toutes les expériences de réseaux de neurones. L'algorithme de descente utilisé sera le gradient conjugué bien que d'autres algorithmes tels BFGS puissent donner une convergence plus rapide.

Au départ, le réseau attribue des valeurs au hasard aux poids à travers tout le réseau à partir d'une valeur quelconque donnée par l'utilisateur (SEEDVAL). La valeur des poids de départ peut correspondre à un point où la convergence ne puisse se faire ailleurs que dans un minimum local. À cet égard, on pourrait penser que la SEEDVAL ait une grande importance mais il semble, tels que le montrent des travaux récents [RENARD 1995], que ce ne soit que dans des cas rarissimes. C'est ce qui fut obtenu ici. Il

semble dans certains cas que la convergence soit difficile et pose un problème de débordement (*overflow*). En trouvant une bonne valeur de départ, il ne semble pas y avoir de problème de minimum local. Aussi, on a toujours la même valeur de départ sauf dans des cas problèmes.

## 7.4 Performance des réseaux de neurones

Les performances des réseaux de neurones seront analysées en trois volets. Tout d'abord, on évaluera les performances obtenues pour les structures ayant la fraction de charge réelle à la sortie. Ensuite, on passera aux réseaux ayant l'indice de dispersion en sortie et enfin, ce sera au tour des réseaux de neurones ayant ces deux variables en sortie d'être analysés.

### 7.4.1 Réseaux de neurones ayant la fraction de charge réelle à la sortie

Pour la charge réelle à la sortie, on note les erreurs expérimentales suivantes :  $k_{\max}=1.57$ ,  $v_{\max}=0.91$ ,  $k_{\text{moy}}=0.2840$ ,  $v_{\text{moy}}=0.2977$  et  $E2_{\text{moy}}=s_i^2=0.1689$ .

#### 7.4.1.1. Influence des variables manipulées

En entrée de ce réseau de neurones, furent placées toutes les variables manipulées même si une seule des variables incluses est nécessaire pour connaître la fraction de charge réelle (soit la fraction demandée). L'objectif est de savoir si le réseau de neurones est capable de tirer l'information pertinente de la masse d'informations qu'il gère. Tel que présenté à la section 7.3, le réseau de neurones correspondant au point optimal de convergence qui est le plus satisfaisant dans la plage de noeuds cachés testés pour la relation 7.1 possède 9 noeuds cachés. À la structure 5/9/1 correspond 59 degrés de liberté. Le processus itératif pour cette structure se trouve au graphique H.1a. Si on compare le coefficient de Fisher obtenu au tableau G.1 pour 9 noeuds cachés soit 24.2 à  $f_{\alpha}(1,59) = 12.13$ , on trouve que la valeur obtenue est significative à 99.9%.

Afin de connaître les performances du réseau de neurones pour la pyrolyse en sortie, on peut également utiliser les valeurs de  $k_{\max}$ ,  $v_{\max}$ ,  $k_{\text{moy}}$ ,  $v_{\text{moy}}$  et  $E2_{\text{moy}}$ . Ici, on voit que les erreurs et écarts calculés par le réseau de neurones sont inférieurs aux erreurs et écarts commis expérimentalement.

Sur le graphique H.1b de l'annexe H, on peut voir que les patrons d'entraînement (■) et de validation (●) collent bien à la droite indiquant le cas parfait. Les coefficients de corrélation obtenus confirment cette observation. De fait, on obtient  $R^2=0.999$  pour l'ensemble des données, pour celles d'entraînement seulement et pour celles de validation seulement (voir annexe I).



En résumé, pour la fraction de charge réelle à la sortie, on peut dire que les résultats sont très satisfaisants. Ceci implique que malgré quatre noeuds d'entrée non significatifs, le réseau peut trouver la relation clef. Bien sûr, la correspondance n'est pas tellement complexe (on a du 1 pour  $1 + \Delta\epsilon$ ). La section suivante montrera la capacité du réseau de neurones de trouver une relation avec des variables insignifiantes mais pour des relations plus complexes.

#### *7.4.1.2 Influence des variables mesurées*

La vitesse ultrasonore et l'atténuation ont déjà été identifiées comme pouvant mesurer la fraction de charge dans le matériau, on peut croire que le réseau pourra, s'il en a la capacité, tirer une relation existant entre les entrées et la sortie. Le processus itératif pour cette structure se trouve au graphique H.2a.

Comme il fut mentionné à la section 7.3, le point optimal de convergence le plus satisfaisant du point de vue du SSR obtenu en fonction du nombre de noeuds cachés a une structure 10/6/1. À cette structure correspond 63 degrés de liberté. Le coefficient de Fisher obtenu là ( $f=1.54$ ) n'est pas suffisant pour obtenir une corrélation significative à 90% ( $f_{\alpha}(1,63)=2.79$ ) pour l'ensemble des données.

Afin de connaître les performances du réseau de neurones pour la pyrolyse à la sortie et les variables mesurées à l'entrée, on peut aussi utiliser les valeurs  $k_{max}$ ,  $v_{max}$ ,  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$  et  $E2_{moy}$  (annexe G).  $k_{moy}$  est à peu près identique dans le cas simulé qu'expérimenté. La valeur maximum  $k_{max}$  obtenue avec les réseaux de neurones est inférieure de 0.727 à l'écart réel expérimental correspondant. Pour ce qui est des valeurs de validation, l'écart maximum est supérieur à l'écart maximum réel. L'écart moyen est beaucoup plus important lorsque calculé avec les réseaux de neurones. Pour ce qui est de  $E2_{moy}$ , il est de 0.5 plus grand dans le cas des erreurs calculés avec le réseaux de neurones. Mis à part la valeur de  $v_{max}$ , les écarts observés sont acceptables.

Sur le graphique H.2b de l'annexe H, on peut voir que les valeurs d'entraînement collent davantage à la droite (cas parfait) que les valeurs de validation. À l'annexe I, on note un  $R^2$  supérieur dans le cas des valeurs entraînées que celles servant à la validation. De tous les cas de pyrolyse, c'est le pire cas de corrélation. La tendance se perpétue lorsqu'on vient calculer le coefficient de Fisher ou si on utilise les écarts moyens et maximums.

#### 7.4.1.3. Résultats obtenus avec les variables manipulées et mesurées en entrée

Tel que présenté à la section 7.3, le réseau de neurones optimal en fonction du nombre de noeuds cachés a une structure 15/8/1. À cette structure correspond 122 ddl. On peut voir son cheminement itératif au graphique H.3a (annexe H).

Le coefficient de Fisher correspondant étant de 5.79, on conclut qu'il est significatif à 97.5% ( $\alpha(1,122)=5.15$ ). On doit rappeler au passage que le nombre de noeuds cachés optimal a été choisi en fonction du SSR obtenu. C'est pourquoi on observe de plus grandes valeurs de coefficients de Fisher pour d'autres nombres de noeuds cachés qui auraient pu faire l'affaire. Cet aspect sera discuté plus loin.

Encore une fois, le  $k_{\max}$  calculé est inférieur à celui réel ( $\Delta k_{\max} = 0.831$ ) et pour le  $v_{\max}$ , c'est l'opposé ( $v_{\max} = 1.356 > v_{\max} \text{ réel} = 0.91$ ). Pour les valeurs moyennes, les valeurs obtenues par les réseaux de neurones sont meilleures que celles réelles en entraînement mais pire pour la validation. Les résultats du tableau G.3 montrent également que la structure donne une erreur globale,  $E2_{\text{moy}}$ , supérieure de 0.0061 à celle réelle.

Le graphique H.3b montre une bonne concordance en général entre les valeurs calculées et mesurées. Celle-ci est cependant légèrement supérieure pour les valeurs d'entraînement. Cette observation est confirmée par les valeurs de  $R^2$  obtenues pour cette structure (annexe I).

En résumé, les valeurs obtenues sont bonnes ou mauvaises dépendement du critère utilisé. Malgré la présence de nombreuses entrées dont certaines ayant plus de bruit que d'autres, les valeurs statistiques de corrélation montrent que le réseau de neurones peut modifier ses poids de sorte que les entrées clefs aient plus d'impact que les autres sur les sorties. Cependant, les critères  $k_{\max}$ ,  $v_{\max}$ ,  $k_{\text{moy}}$ ,  $v_{\text{moy}}$  et  $E2_{\text{moy}}$  pris ensemble démontrent un problème de reproductibilité en validation. Ces déviations sont tout de même acceptables puisqu'elles sont très faibles.

#### 7.4.1.4. Comparaison entre les résultats

Le meilleur réseau entre les trois réseaux précédemment analysés est celui comportant les variables manipulées en entrée. Étant donné l'évidence de la relation, ce n'est pas très surprenant. On remarque que peu importe la structure du réseau utilisé, les patrons de validation ont toujours de moins bonnes valeurs de  $v_{\max}$ ,  $v_{\text{moy}}$  et  $R^2$  que les patrons d'entraînement. On s'attendait à des performances à-peu-près équivalentes.

Les réseaux incluant les variables mesurées en sortie présentent une détérioration des réseaux en validation. Ils peuvent avoir été causés par la lecture de température dont on discute la validité. Globalement, tous les résultats obtenus avec la fraction de charge réelle en sortie sont satisfaisants. Étant donné les réponses obtenues pour la fraction massique de charge en sortie en fonction de  $R^2$  habituellement utilisé pour vérifier l'exactitude des réponses données, on peut dire que le réseau répond bien. On peut donc supposer dès lors que si une relation existe et que si toutes les informations pertinentes à une relation mathématique sont présentes, le réseau pourra la trouver. Par contre, il demeure une détérioration des réponses en validation qui est quelquefois très importante. En mettant tous les cas particuliers en entraînement, on se retrouve peut-être avec un réseau de neurones ne simulant que des cas d'exception. On a alors le même problème que lorsqu'on n'entraîne pas un réseau à faire face aux cas d'alarme dans le cadre d'un procédé. Cependant, il est difficile de connaître les conditions favorables pour les réseaux de neurones. Les résultats obtenus sont tout de même satisfaisants étant donné les erreurs expérimentales observées.

#### 7.4.2 Les réseaux de neurones ayant l'indice de dispersion à la sortie

Une difficulté supplémentaire s'ajoute ici. On sait l'erreur commise sur les indices de dispersion (0.05 dans 90% des cas sans compter une erreur de résolution qu'on suppose incluse dans ces valeurs). Cependant, on ne connaît pas avec exactitude les  $k_{max}$ ,  $v_{max}$ ,  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$  et  $E2_{moy}$ . Il faudra donc être conscient de cela lors de l'analyse. À des fins d'analyse, on notera que l'indice de dispersion moyen mesuré est de 0.83.

##### 7.4.2.1 Influence des variables manipulées

Le réseau de neurones donnant le meilleur SSR en fonction du nombre de noeuds caché possède la structure 5/3/1 pour l'indice de dispersion en sortie à laquelle correspond 17 ddl. Le processus itératif pour cette structure se trouve au graphique H.4a.

Le coefficient de Fisher obtenu est de 1130 ce qui est largement suffisant pour un  $f_{\alpha}(1,17) = 14.79$  indiquant que la valeur est significative à 99.9%. Cependant, pour tenir compte de l'erreur obtenue expérimentalement, on ne peut monter au delà de 95% ( $f_{\alpha}(1,17) = 4.35$ ).

L'indice de dispersion moyen est de 0.83 avec une erreur de 0.05. Suivant ces données, les erreurs maximums en entraînement et en validation sont respectivement de 10% et de 12% de l'erreur moyenne.

Les écarts moyens calculés sont inférieurs à l'erreur expérimental de 0.05. Globalement, les erreurs sont moindres en entraînement que pour les valeurs de validation.

Le graphique H.4b montre que mis à part quelques valeurs divergentes qui peuvent expliquer les grandes valeurs de  $k_{max}$  et  $v_{max}$  trouvées et surtout pour les valeurs de validation, on obtient des valeurs qui se situent de part et d'autre de notre cas parfait. Les valeurs obtenues à l'annexe I montrent un coefficient de corrélation de 0.644 pour toutes les valeurs confondues, 0.727 pour l'entraînement seul et 0.564 pour les valeurs de validation. En soi, les coefficients de corrélation obtenus ne sont pas suffisants pour conclure à une bonne corrélation entre les valeurs calculées et mesurées.

En résumé, on peut dire que les résultats sont satisfaisants si on considère l'erreur expérimentale sur les valeurs obtenues par rapport aux valeurs  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$  et  $E2_{moy}$  et le coefficient de Fisher. Les  $v_{max}$  et  $k_{max}$  sont trop élevés pour donner un réseau fiable à prime abord. Cependant, le coefficient de corrélation laisse croire que ces écarts sont peut-être trop importants pour la plage d'indice de dispersion obtenue. Maintenant, il faut voir dans quelle mesure un contrôle du procédé est possible en fonction des variables mesurées.

#### *7.4.2.2. Influence des variables mesurées*

Le réseau de neurones donnant le meilleur SSR possède la structure 10/8/1 à laquelle correspond 87 ddl. Le coefficient de Fisher obtenu ( $f=1174$ ) est significatif à 95%  $f_{\alpha}(1,87) = 3.97$ ). On peut voir le processus itératif correspondant à cette structure au graphique H.5a.

L'écart maximum correspond à l'erreur expérimental pour l'entraînement tandis que pour les valeurs de validation, elle correspond à environ 15% de la valeur moyenne. Pour ce qui est des écarts moyens, ils sont nettement en dessous de l'erreur expérimentale (voir tableau G.5).

Cette fois-ci encore, les données calculées par le réseau de neurones correspondent aux valeurs mesurées en tenant compte de l'erreur expérimentale, sauf pour quelques cas. Les coefficients de corrélation sont comparables à ceux obtenus pour les variables manipulées en entrée  $R^2 = 0.635$ . Encore ici, les valeurs en entraînement jouissent d'une meilleure corrélation (0.778) que celles en validation (0.540). Cette différence est très importante mais peut s'expliquer par l'erreur commise. Sur le graphique H.5b, on voit que les points expérimentaux se regroupent autour de la droite représentant le cas idéal mais n'y touchent que rarement. Ceci affecte les valeurs de régression. Cependant, les écarts obtenus sont davantage satisfaisants que le cas discuté en 7.4.2. puisque seule la valeur de  $v_{max}$  est plus grande que l'erreur expérimentale.

En résumé, les résultats obtenus avec ces variables mesurées en entrée sont comparables à ceux obtenus avec les variables manipulées en entrée. Les résultats obtenus sont significatifs si on en croit les critères de Fisher calculés à partir du SSR. Tout comme pour les variables manipulées en entrée, les coefficients de corrélation sont faibles mais les écarts moyens obtenus correspondent à la précision expérimentale.

#### *7.4.2.3. Résultats obtenus avec les variables manipulées et mesurées en entrée*

La structure correspondant au plus grand SSR contient 6 noeuds cachés (15/6/1) et 88 ddl. Le processus itératif relié à cette structure se trouve au graphique H.5a. Le coefficient de Fisher obtenu, de 1055, est largement suffisant pour permettre une réponse à 90% fiable ( $f_{\alpha}(1,88) = 3.96$ ). Les écarts maximums calculés sont supérieurs à l'erreur expérimentale et les écarts moyens lui sont inférieurs (voir tableau G.6).

L'observation du graphique H.6b permet de constater que la majorité des valeurs équivalent au cas parfait en tenant compte de l'erreur expérimentale (représenté par la droite). Les coefficients de corrélation obtenus ne sont pas meilleurs que dans les cas précédents. Il semble même y avoir détérioration de la réponse (voir annexe I). Tout comme pour les variables manipulées seules, le  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$ ,  $E2_{moy}$  sont en dedans de l'écart expérimental tandis que  $k_{max}$  et  $v_{max}$  sont en dehors des valeurs expérimentales.

Les données correspondent bien aux valeurs de l'erreur expérimentale. Cependant, les coefficients de corrélation sont si faibles (validation) qu'on ne peut que conclure à un problème dans la plage de données obtenues, dans la méthode en soi, i.e. le choix du coefficient de corrélation pour la détermination de la performance du réseau de neurones, ou encore dans le choix de FQ et SSR pour la détermination de la structure optimale.

#### *7.4.2.4. Comparaison entre les résultats obtenus*

Les meilleures performances furent obtenues par le réseau de neurones avec les variables manipulées. Dans tous les cas, les coefficients de corrélation sont mauvais mais les coefficients de Fisher sont bons. Dans tous les cas, les valeurs moyennes sont bonnes mais les valeurs maximums n'entrent pas toujours dans les tolérances de 0.05. Cependant, elles peuvent être acceptables si on considère que les calculs faits donnent 0.05 d'erreur 9 fois sur 10. Les écarts maximum observés font peut-être partie de cette erreur.

On sait que les réseaux de neurones ont de la difficulté à extrapoler. Étant donné que les conditions idéales sont mal connues, il était difficile de bien choisir les patrons de données pour l'entraînement de

sorte qu'il puisse se trouver des cas où le réseau doit extrapoler en validation ce qui pourrait expliquer les différences obtenues entre l'entraînement et la validation.

#### 7.4.3. Réseaux de neurones ayant toutes les variables cibles en sortie

Étant donné qu'aucune valeur de dispersion n'est possible sans  $\text{CaCO}_3$ , tous les patrons de données à 0% de  $\text{CaCO}_3$  ont été éliminés. Ceci mène donc à un recalcul des critères à respecter pour la fraction de charge réelle :  $k_{\text{moy}}=0.306$ ,  $k_{\text{max}}=1.57$ ,  $v_{\text{moy}}=0.317$ ,  $v_{\text{max}}=0.91$  et  $E2_{\text{moy}}=0.1878$ . Pour l'indice de dispersion, on a toujours la moyenne de 0.83 avec une précision de 0.05, 9 fois sur 10. Puisqu'il y a plusieurs sorties, pour choisir le meilleur réseau, on a fait une somme des valeurs normalisées pour le SSR et le Fisher.

##### *7.4.3.1. Influence des variables manipulées*

Le réseau de neurones ayant les meilleurs résultats possède une structure 5/6/2. À celle-ci sont associés 45 ddl. Les coefficients de Fisher obtenus pour les résultats où on privilégie la pyrolyse au facteur de qualité est de 5.64 pour la pyrolyse et de 845 pour l'indice de dispersion. Ces deux valeurs sont suffisantes pour une détermination à 95% ( $f_{\alpha}(1,45) = 4.06$ ). Si on observe les résultats où on privilégie l'indice de dispersion dans le choix de la meilleure itération en fonction du facteur de qualité, on n'a pas de signification en fonction de Fisher pour la fraction de charge réelle ( $f=1.63$ ) mais une très bonne signification pour l'indice de dispersion ( $f=1069$ ). Les processus itératifs se trouvent au graphique H.7a.

On commence d'abord par analyser les résultats obtenus favorisant le FQ de la pyrolyse. Les résultats obtenus pour la pyrolyse sont assez satisfaisantes en général. Le  $k_{\text{moy}}$  (a indique qu'il s'agit de la fraction de charge réelle) obtenu est comparable à sa valeur réelle et  $k_{\text{max}}$  est inférieur ( $k_{\text{maxa}}=0.92 < k_{\text{max expérimental}}=1.57$ ). Pour les valeurs en validation, le  $v_{\text{moy}}=0.38$  est acceptable et  $v_{\text{maxa}}$  est un peu trop élevé. Globalement, les valeurs de pyrolyse sont acceptables avec une erreur moyenne de 0.1983 comparativement à 0.1878 pour l'erreur réelle. Le graphique H.7b montre la corrélation entre les valeurs mesurées et calculées. On constate une bonne correspondance qui est renforcée par l'obtention d'un  $R^2=0.993$  pour l'ensemble des valeurs annexe I.

Les écarts moyens obtenus avec ce réseau et les écarts maximums pour l'entraînement de l'indice de dispersion sont inférieurs à l'erreur expérimentale (0.05) tandis que l'écart maximum de validation est beaucoup trop grand. Globalement, le  $E2_{\text{moy}}=0.00157$  semble indiquer un comportement adéquat du réseau. On obtient de très bonnes valeurs pour les patrons d'entraînement ( $R^2=0.945$ ) mais étant donné

la distance qui sépare les valeurs de validation du cas parfait (graphique H.7c avec  $R^2=0.124$ ) l'ensemble donne de piètres résultats ( $R^2=0.433$ ).

Pour les résultats obtenus en favorisant l'indice de dispersion, les résultats du tableau G.7 montrent que c'est au grand détriment des résultats sur la pyrolyse. De plus, le seul gain semble se situer au niveau des écarts sur les valeurs de validation qui sont moindres. On ne peut en dire autant des valeurs à l'entraînement. Pourtant, on note une amélioration globale si on se fie à la valeur de  $E2_{moy}$  qui passe à 0.00081.

Au graphique H.7d, on note la distance séparant les valeurs mesurées et calculées (plus importante que l'erreur expérimentale) ainsi qu'une séparation des valeurs d'entraînement et de validation. La corrélation obtenue est de 0.979. Le graphique H.7e indique une répartition plus uniforme des données autour du cas parfait sauf pour quelques données rebelles. On a un  $R^2=0.624$  pour l'ensemble et tout comme en 7.4.2.1, les données d'entraînement corrélaient mieux que les données de validation.

En résumé, les résultats obtenus sont moins satisfaisantes que les mêmes estimés obtenus par deux réseaux de neurones à une sortie seulement. Si on gagne en corrélation par l'entraînement, on en perd pour la validation. Globalement, aucun gain n'est visible par rapport à deux réseaux d'une sortie chacune.

#### *7.4.3.2. Influence des variables mesurées*

Le réseau de neurones donnant les meilleures performances selon les SSR pondérés du tableau G.10 possède une structure 10/7/2 et 83 ddl. Pour que les données soient significatives à 90%, on doit avoir un coefficient de Fisher supérieur à 2.78. Ceci n'est donc respecté dans aucun cas pour les valeurs de pyrolyse mais dans tous les cas pour l'indice de dispersion. D'ailleurs pour toutes les données obtenues sauf pour le  $k_{maxA}$  calculé pour le FQ favorable à la pyrolyse, on trouve des valeurs supérieures aux  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$ ,  $k_{max}$ ,  $v_{max}$ ,  $E2_{moy}$  obtenus expérimentalement. Sur les graphiques H.8b et d, on peut observer ces divergences. Les coefficients de corrélation ne sont plus aussi bons que précédemment (voir tableau G.8) .

L'observation du graphique H.8c montre que les valeurs collent bien au cas idéal pour les valeurs d'entraînement ( $R^2=0.892$ ) mais assez mal pour les valeurs de validation (0.335). On ne pourrait donc pas se fier à ce type de réseau. Cependant, on doit noter que les  $k_{moy}$ ,  $k_{max}$ ,  $v_{moy}$  et  $E2_{moy}$  ont des valeurs inférieures aux écarts expérimentaux.

On retrouve à-peu-près le même scénario (exception faite de  $k_{max}$  qui est supérieur à l'erreur expérimentale) pour le graphique H.8e où on a choisit l'itération optimale en fonction du FQ calculé à partir des résultats de l'indice de dispersion. On obtient donc des résultats de régression linéaire inférieurs.

En résumé, on peut dire que les performances du réseau à sortie double pour les variables mesurées en entrée ne sont pas satisfaisantes du point de vue des résultats obtenus pour la pyrolyse. Cette structure ne permettrait donc pas d'obtenir des résultats fiables pour la fraction massique de charge même si les indices de dispersion (mis à part le coefficient de corrélation calculé) donnent de bons résultats.

#### *7.4.3.3 Résultats obtenus avec les variables manipulées et mesurées en entrée*

Le réseau de neurones donnant les meilleures performances selon les SSR pondérés du tableau G.10 possède une structure 15/10/2 et 167 ddl. Pour le réseau correspondant à l'itération favorisant le FQ (le facteur de qualité) calculé pour la fraction massique de charge, on respecte un  $f_{\alpha}(1,167) = 3.92$ . Les résultats sont donc significatifs à 95%. Les  $k_{max}$ ,  $v_{max}$ ,  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$  et  $E2_{moy}$  sont égaux ou inférieurs aux valeurs calculées pour la pyrolyse. Il en va de même pour l'indice de dispersion à l'exception de  $v_{max}$ . Le graphique H.9b montre une partie des résultats obtenus pour la fraction massique de charge et le graphique H.9c montre la bonne correspondance des valeurs d'entraînement par rapport aux valeurs de validation. En outre, les résultats du graphique H.9b montrent un  $R^2=0.997$  (0.998 pour l'entraînement et 0.995 pour la validation), tandis que les résultats du graphique H.9c montrent un  $R^2=0.512$  (0.993 pour l'entraînement et 0.201 pour la validation).

On ne peut en dire autant des réseaux correspondant à l'itération favorisant le FQ calculé pour l'indice de dispersion où là encore, le critère de Fisher pour la pyrolyse ne montre pas que les données sont significatives dans une marge raisonnable ( $< 90\%$ ). Comme pouvaient le laisser présager ces résultats, les  $k_{max}$ ,  $v_{max}$ ,  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$  et  $E2_{moy}$  sont toutes supérieures aux écarts expérimentaux. Pour ce qui est des valeurs d'indice de dispersion, bien que les coefficients de Fisher,  $E2_{moy}$ ,  $k_{moy}$  et  $v_{moy}$  soient inférieurs aux écarts expérimentaux, les  $k_{max}$  et  $v_{max}$  sont trop grands. Compte tenu de tout ce qui précède, on peut dire que le réseau à cette itération ne serait pas fiable. Les graphiques H.9d et H.9e ainsi que les coefficients de corrélation correspondants confirment ces affirmations.

En résumé, il semble que peu importe le nombre d'entrées, moins il y a de sortie, plus les résultats sont bons pour l'ensemble des patrons de données. Il semble que le cas à deux sorties provoque ce qu'on pourrait appeler un surentraînement puisque dans bien des cas, surtout pour la dispersion, on a de biens meilleurs résultats pour l'entraînement que pour la validation.



#### 7.4.3.4. Comparaison entre les résultats obtenus

Il semble que les résultats obtenus avec les variables mesurées soient meilleurs tant pour les  $R^2$  que pour les critères  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$ ,  $k_{max}$ ,  $v_{max}$  et  $E2_{moy}$ . Les coefficients de Fisher ne semblent pas suivre la même tendance. Les résultats obtenus avec deux sorties ne sont pas satisfaisants. Une chose semble ressortir de tout ceci : pour plus d'une sortie, il importe de développer des critères de performance plus précis.

#### 7.4.4. Performances relatives

Pour l'ensemble des données, les performances obtenues en plaçant deux sorties sont moindres que dans le cas d'une seule sortie. Toutes les fois qu'on note une amélioration notable pour l'entraînement, on observe une baisse draconienne des performances pour la validation. Aussi, il serait recommandé d'utiliser des réseaux à une seule sortie.

D'autre part, il semble ressortir de ces travaux que les critères de performances ne sont pas suffisamment au point pour les sorties multiples. De plus, un raffinement de la méthode est nécessaire pour les sorties simples. Ces affirmations mettent en lumière la difficulté de choisir un point optimal de convergence et une structure qui reflète bien le maximum de performances atteint.

Pour les sorties simples, on a de très bons résultats à la mesure des attentes pour la fraction de charge réelle, peu importe le critère utilisé pour l'analyse. Plus le coefficient de Fisher augmente, plus les critères  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$ ,  $k_{max}$  et  $v_{max}$  respectent les écarts expérimentaux et plus le coefficient de corrélation est bon. Il semblerait plus logique de se fier au critère de Fisher puisqu'il tient compte à la fois de l'étendue des données par rapport à la moyenne et de l'erreur. Pour l'indice de dispersion, le coefficient de Fisher est toujours grand. Il serait bon de comparer cette valeur à une constante calculée en fonction des besoins de l'utilisateur plutôt qu'au gré du nombre de degrés de liberté qui est tellement important parfois qu'il pourrait rendre l'analyse caduque. Dans l'ensemble, on peut dire que les résultats sont acceptables pour les sorties simples.

Le choix des patrons d'entraînement pour l'indice de dispersion présentait une difficulté causée par la méconnaissance des bornes sur les variables d'entrée. On a utilisé les valeurs maximums d'indice de dispersion pour l'entraînement mais il est possible que les indices ayant les plus grands écarts aient été exclus du moins en partie, du patron d'entraînement. L'absence de données pour l'indice de dispersion réelle a compliqué le choix des patrons d'entraînement et de validation. Ceci a pu affecter les résultats. Les coefficients de corrélation sont toujours très faibles. Cependant, les performances en fonction des

critères  $v_{max}$ ,  $k_{max}$ ,  $v_{moy}$  et  $k_{moy}$ , sont toutes proportions gardées, aussi valables que ceux obtenus par pyrolyse. Les coefficients de corrélation ne suivent pas nécessairement le cheminement en qualité des  $v_{moy}$ ,  $k_{moy}$ ,  $v_{max}$  et  $k_{max}$  calculés. Il est possible que les meilleurs réseaux aient des structures ayant des nombres plus importants de noeuds cachés. Le choix de la plage de 3 à 10 était basé sur le fait que les réseaux en entonnoir donnent en général de meilleurs résultats. On peut voir d'après les résultats obtenus et selon les critères utilisés que ce n'est pas toujours le cas.

En bref, la meilleure façon de simuler la fraction massique de charge est d'utiliser les variables manipulées en entrée. Pour l'indice de dispersion, on devrait utiliser les variables mesurées en entrée tandis que pour ces deux variables en sortie, aucun bon résultat ne peut être obtenu à la fois pour l'indice de dispersion et la pyrolyse.

## 7.5 Conclusions

Pour les travaux effectués sur les réseaux de neurones, voici les résultats obtenus :

- En général, il semble qu'un gain important de la corrélation pour l'entraînement conduit à une baisse de la fiabilité des résultats obtenus en validation.
- Les sorties simples semblent donner de meilleurs résultats que les sorties doubles.
- Les travaux réalisés ont permis de mettre en lumière de façon évidente, l'urgence de définir des critères de performance reproductibles et fiables.
- À ce jour, le coefficient de Fisher semble donner des résultats discutables et ce, même si son potentiel est élevé puisqu'il dépend de l'étendue des valeurs et de l'erreur ce qui n'est pas le cas du coefficient de corrélation. Cependant, il faudrait l'améliorer en le comparant à des valeurs plus sévères puisque les grilles de comparaison normalement utilisées laissent filtrer un peu n'importe quoi. Le nombre de ddl obtenu relâche trop les contraintes. Il semble que la fiabilité augmente si on considère  $k_{moy}$ ,  $v_{moy}$ ,  $k_{max}$  et  $v_{max}$  par rapport aux erreurs expérimentales. Une chose est certaine, le coefficient de corrélation seul ne représente qu'une partie de la réalité. On ne saurait établir de constat sûr à ne considérer que cet élément.
- Pour une meilleure précision sur la dispersion, il faudrait davantage de travail de microscopie d'abord et vérifier si le réseau peut améliorer ses performances en conséquence.
- Beaucoup de paramètres expérimentaux ont été gardés constants. Dans le cas où on voudrait un système pouvant fonctionner avec des matériaux différents, il faudrait recommencer tout le travail.
- Il y a du travail encore à faire avec le facteur de qualité. Peut-être y a-t-il lieu de mettre plus d'importance sur certains paramètres que d'autres.

- Il était difficile de voir si les cas inclus en entraînement faisaient partie de cas particuliers ou non pour l'indice de dispersion. En mettant tous les cas particuliers en entraînement, on peut causer le même phénomène que lorsqu'on ne les met pas du tout. Il faut garder une proportion des cas "normaux" dans les fichiers d'entraînement pour que l'apprentissage soit valable.

Il est suggéré de se baser d'abord sur la valeur de  $k_{moy}$  et de  $v_{moy}$  qui doivent être le plus bas possible. De là, on calculerait le pourcentage de patrons de données dont la réponse excède l'erreur expérimentale. Pour avoir un portrait complet, on pourrait utiliser l'écart-type en se basant sur le  $k_{moy}$  ou le  $v_{moy}$  obtenu.

$$Tk_{moy} = \frac{k_{moy} - k_{moy}^*}{k_{moy}} \quad (7.26)$$

$$Tv_{moy} = \frac{v_{moy} - v_{moy}^*}{v_{moy}} \quad (7.27)$$

$$T\sigma_m = \frac{\sigma_m - \sigma_m^*}{\sigma_m} \quad (7.28)$$

$$Rejets = \frac{n_x}{N} \quad (7.29)$$

$Tk_{moy}$	:	Pourcentage de déviation de la moyenne pour les patrons d'entraînement.
$Tv_{moy}$	:	Pourcentage de déviation de la moyenne pour les patrons de validation.
*	:	Les valeurs qui sont suivies de l'astérisque sont les valeurs expérimentales non calculées à l'aide des réseaux de neurones.
$T\sigma_m$	:	Pourcentage de déviation de l'écart-type pour les patrons de "m" (m=entraînement ou validation).
$\sigma_m$	:	Écart-type calculé.
Rejets	:	Taux de valeurs qui sont à l'extérieur de la courbe d'erreurs réelles.
$n_x$	:	Nombre de valeurs qui excèdent l'erreur expérimentale de x.
N	:	Nombre de patrons de données total.

L'idée qui sous-tend l'élaboration de ces différents critères tient compte des commentaires exprimés sur les différents critères de comparaison expérimentés et se rapproche des méthodes statistiques. On cherche à obtenir une superposition des réalités. Par exemple, si l'erreur sur la concentration de charge

réelle correspond à une courbe normale de moyenne  $m$  et d'écart-type  $\sigma$ , on cherchera à se rapprocher le plus possible de cette réalité en modélisant avec le réseau de neurones. Ce faisant, on évitera à tout prix d'obtenir des valeurs déviantes, i.e. des valeurs qui sortent de la courbe que l'on cherche à réobtenir. Puisqu'ils sont exprimés en pourcentages, les critères suggérés sont plus facilement lisibles et peuvent être comparés entre eux. Il est suggéré de faire les calculs séparément pour la validation et pour l'entraînement pour en connaître les différences.

D'après les résultats obtenus, il semble possible d'établir un modèle (exemple, le réseau de neurones) reliant les variables mesurées, manipulées ou les deux à la fraction massique de charge d'une part et à l'indice de dispersion d'autre part. Mais la question à laquelle l'utilisateur et le concepteur devront répondre est : est-ce qu'on est intéressé à avoir un outil donnant l'indice de dispersion, compte tenu du travail à faire, de l'argent et du temps requis pour l'obtention d'un réseau de neurones fonctionnel et performant ? D'ici là, le travail des chercheurs dans le domaine de l'intelligence artificielle permettra peut-être de leur rendre la tâche plus facile en définissant des critères de performances plus sûrs et reproductibles.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

La technique de mesure par ultrasons développée à l'Institut des Matériaux Industriels a été mise à l'étude pour quantifier la dispersion. Déjà, elle a été utilisée pour quantifier la concentration d'une charge minérale dans un polymère. En ayant comme point de départ cet exemple connu et de la littérature, qui identifie plusieurs paramètres pouvant entrer en jeu dans un éventuel modèle, puis en comparant avec les effets de la dispersion sur les mesures ultrasonores, il fut impossible d'établir clairement des relations mathématiques entre les paramètres étudiés. Les interactions semblaient trop complexes pour une analyse dans un espace linéaire. Le réseau de neurones fut identifié comme une solution potentielle à cet obstacle. Celui-ci permet la modélisation en cas de non-linéarité.

Les résultats obtenus avec cette technique sont encourageants. Il semble que les réseaux de neurones à une sortie seulement soient davantage performants que ceux à deux sorties. Le meilleur réseau de modélisation de la dispersion a été obtenu avec les variables mesurées en entrée. Pour la fraction massique de charge, on obtient de meilleurs résultats avec les variables manipulées à l'entrée (évident puisque les débits fournissent une mesure directe).

Il semble évident que la principale difficulté dans l'analyse des résultats est qu'il n'y a pas vraiment de critère qui permette la comparaison entre différents réseaux de neurones. Avant toute chose, il importe de se pencher sur ce problème puisqu'il affecte l'ensemble des travaux réalisés avec la technique des réseaux de neurones. Quelques pistes de recherches ont été émises au chapitre 7 comme les taux de déviation de la moyenne et le taux de valeurs qui sortent de la courbe d'erreurs (en incluant l'erreur expérimentale).

## BIBLIOGRAPHIE

ALBERS, A. (octobre 1992) *Compounding with a shear roll extruder a new proces for plastication and dispersion of highly viscous materials*, German Plastics, vol. 82, no. 10, p.57-59.

ANON ed., (avril 1988) *'Expert' CIM system integrates injection and blow molding*, Plastics Technology, vol. 34, no. 4, p.15,17,19.

ASHBY, W.R. (1952) Design for a Brain, Wiley, New York.

BARTO, A.G. (1985) *Learning by statistical cooperation of self-interested neuron-like computing elements*, Human Neurobiology, vol. 4, no.4

BIGGIO, D. I. (avril 1994) *The role of distributive and dispersive mixing in polymer processes*, 10th Annual meeting of the Polymer Processing Society, Akron, US.

BLOCK, H.D. (1962) *The perceptron : A model for brain functioning*, Reviews of Modern Physics, vol. 34, no.1, 123-1235.

BOLUK, M.Y.; SCHREIBER, H.P. (août 1989) *Interfacial Interactions and Properties of Filled Polymers. III: Dispersion of Filler Particles*, Polymer Composites, vol. 10, no. 4, p.215-221.

BOLEN; COLWELL (1958) *Intensive Mixing*, Society of Plastic Engineers Journal, vol. 14, no. 24

BOS,A; BOS, M.; VAN DER LINDEN, W.E. (1992) *Artificial neural networks as a toll for soft-modelling in quantitative analytical chemistry : the prediction of the water content of cheese*, Analytica Chimica Acta, vol. 256, p.133-144.

BRENNER, M.J.; HORNSBY, P.R. (juin 1989) *Twin-screw extrusion compounding of highly filled thermoplastics*, Plastics and Rubber International, vol. 14, no. 3, p. 17-20.

BRIDGE, B.; CHENG, K. H. (1987) *On-line ultrasonic monitoring of the extrusion of CaCO<sub>3</sub> filled polypropylene*, Journal of Materials Science Letters, vol. 6, p. 219-222.

BURBANK, F.; BRAUER, F.; ANDERSEN, P. (1991) *Experimental study of distributive mixing in a co-rotating twin screw extruder*, 49th Annual technical Conference- ANTEC '91 In Search of Excellence Annual technical Conference, vol. 37, p.149-152.

CAUDILL, M. (octobre 1991) *Experts Networks*, Byte, p. 108-116.

COLEMAN, E.A. (1988) Interfacial reactions in filled polymers, Polymeric Materials Science and Engineering- Third Chemical Congress of North America, vol. 58, p.106.

CORMONT, J.M. (1985) *In Line Compounding and Extrusion of PP with Talc and Chalk*, Advances in Polymer Technology, vol. 5, no. 2, p.139-152.

DESSARTHE, A. (1993) Conception de pièces mécaniques en plastique et composite, Centre technique des Industries mécaniques, 196p.

DICKSTEIN, P.A.; GIRSHOVICH, S.; STERNBERG, Y.; SINCLAIR, A.N.; LEBOVITCH, H. (1990) *Ultrasonic Feature-Based Classification of the Interfacial Condition in Composite Adhesive Joints*, Res Nondestructive Evaluation, vol. 2, p.207-224.

DIRADDIO, R.W.; GARCIA-REJON, A. (1993) *Modeling of Membrane Inflation in Blow Molding: Neural Network Prediction of Initial Dimensions from Final Part Specifications*, Advances in Polymer Technology, vol. 12, no.1, p.3-24.

DOBBIN, C.J.B.; BAKER, W.E. (1992) *Analysis of Dispersion Quality in Highly Pigmented Polymer Systems Using Scanning Electron Microscopy and Image Analysis Techniques*, ANTEC 1992, p.909-912.

DUFRESNE, A.; GENDRON, R.; LÉVESQUE, D.; PICHE, L.; TATIBOUËT, J. (1994) *Les ultrasons : une technique nouvelle d'investigation de l'écoulement des polymères fondus*, Revue des composites et des matériaux avancés, vol. 4, no 1, p.97-137

DURCOVA, O.; MICHLIK, P.; KNOTEK, L. (1989) *Evaluation of the Calcium Carbonate Dispersion in Polypropylene Composite Fibres*, Polymer testing, p.269-275

ERWIN, L.; DOHNER, J. (novembre 1984) *Measurement of Mixing in Polymer Melts by Focused Ultrasound*, Polymer Engineering and Science, vol. 24, no. 16, p. 1277-1282.

ESPOSITO, R. A. (1986) *Distributive mixing performance of two dynamic mixers*, 44th Annual Technical Conference (SPE) - ANTEC 86, p.870-873.

ESS, J.W.; HORNSBY, P.R. (1987) *Twin-screw extrusion compounding of mineral filled thermoplastics dispersive mixing effects*, Plastics and Rubber Processing and Applications, vol. 8, no. 3.

ESS, J.W.; HORNSBY, P.R. (1986) *Characterisation of distributive mixing in thermoplastics compositions*, Polymer Testing, vol. 6, no. 3, p.205-218.

ESS, J.W.; HORNSBY, P.R.; LIN, S.Y.; BEVIS, M.J. (1984) *Characterisation of dispersion in mineral-filled thermoplastics compounds*, Plastics and Rubber Processing and Applications, vol. 4, no. 1, p.7-14.

EVERHART, J.P. (1989) Analyse structurale et chimique des matériaux, Dunod, Paris.

GALE, G.M. (1983) *Evaluation of mixing devices for extruders fed with masterbatched additives and polymer blends*, Conference Proceedings. ANTEC 83: Plastics - Engineering Today for Tomorrow's World.

GENDRON, R.; UTRACKI, L.A. (1991a) *Material characteristics oriented computer control of extrusion - part 1*, 49th Annual Technical Conference by Society of Plastic Engineers (ANTEC 91), p. 958-963.

GENDRON, R.; UTRACKI, L.A.; HAMEL, A. (1991b) *Extruder control via on-line product characteristics monitoring*, PPS-7th annual meeting, Hamilton, Ontario.

GENDRON, R. (1991c) *Résumé des résultats des essais portant sur l'utilisation d'un thermocouple "melt" ajustable*, Conseil National de Recherches du Canada, IMI 91 RT 32200-1140-G cnrc 32657, 8p.

GENDRON, R.; DUMOULIN, M.M.; TATIBOUËT, J.; PICHÉ, L. (1992a) *Monitoring filled polymer characteristics using ultrasonic properties*, PPS-Meeting for the Americas, Knoxville, Tenn., 2p.

GENDRON, R.; DUMOULIN, M.M.; TATIBOUËT, J.; PICHÉ, L.; HAMEL, A. (1992b) *On-line monitoring of polypropylene viscosity during extrusion*, PPS-8th Annual meeting, New Delhi, p.428-9

GENDRON, R.; DUMOULIN, M.M.; TATIBOUËT, J.; PICHÉ, L.; HAMEL, A. (1993a) *Measuring on-line polymer properties using an ultrasonic technique*, 51th Annual Technical Conference of Society of plastic engineers (ANTEC 93), p. 2256-2261.



GENDRON, R.; DUMOULIN, M.M.; TATIBOUËT, J.; PICHÉ, L. (1993b) *Monitoring the characteristics of calcium carbonate filled polypropylene*, PPS- 9th Annual meeting, Manchester, UK, p.165-6

GENDRON, R.; TATIBOUËT, J.; GUÈVREMONT, J.; DUMOULIN, M.M.; PICHÉ, L. (1995) *Ultrasonic Behavior of Polymer Blends*, to be published in Polymer engineering and Science.

GENDRON, R.; DAIGNEAULT, L. E.; TATIBOUËT, J.; DUMOULIN, M. M. (1994b) *Residence Time Distribution in Extruders Determined by In-Line Ultrasonic Measurements*, 5th Annual meeting (ANTEC 94), San Francisco, p. 167-170.

GERRITSE, G.A.; DEN OTTER, J.L. (1984) *Measuring the degree of mixing in rubber compounds*, Plastics and Rubber Processing and Applications, vol. 4, no. 1, p.63-67.

GUEZ, Y.; DONOHUE, K.D.; BILGUTAY, N.M. (1991) *A neural network Architecture for Ultrasonic Nondestructive Testing*, 1991 ULTRASONICS SYMPOSIUM-IEEE, p.777-780.

GITZHOFFER, F. (1994) Notes du cours de caractérisation des matériaux, Université de Sherbrooke.

HERTLEIN, T.; FRITZ, H.-G. (1991) *Measuring the Degree of Dispersion of Pigment Concentrates during the Compounding Process*, Kunststoffe German Plastics, vol. 81, no. 1, p. 71-75.

HERZIG, R.; BAKER, W.E. (1993) *Correlations between image-analysed morphology and mechanical properties of calcium carbonate-filled polypropylene*, Journal of Materials Science, vol. 28, p.6531-6539.

HINTON, G.E.; SEJNOWSKI, T.J. (1986) *Learning and relearning in Boltzmann Machines*, In Parallel Distributed processing, ed. D.E. Rumelhart, J.L. McClelland, and the PDP Research Group, 282-317, Cambridge, MA : MIT Press.

HOPFIELD, J.J. (1982) *Neural networks and physical systems with emergent collective computational abilities*, Proceedings of the National Academy of Sciences, USA vol, 79, no. 8, 2554-2558.

HORNSBY, P.R. (septembre 1988) *Twin-screw lab unit: Recent developments*, Plastics Compounding, vol. 11, no. 6, 7p.

HOSKIN, J.C. ; HIMMELBLAU, D.M. (1988) Artificial neural network models of knowledge representation in chemical engineering, Computer chemical engineering, vol. 12, no. 9/10, p.881-890.

HUNKAR, D.B.; MASTINE, H.R. (1991) *Neural-network based programs : a possible solution to training problems*, In Search of Excellence Annual Technical Conference (ANTEC 91), vol. 37, p.1436-41.

JANSSEN, L, P.B.M. (1978) Twin Screw Extrusion, Elsevier scientific publishing company.

GOTSIS, A.D.; KALYON, D.M. (1989b) *Simulation of mixing in co-rotating twin screw extruders*, ANTEC '89, p.44-48.

KALYON, D. M.; SANGANI, H. N. (août 1989a) *Experimental study of distributive mixing in fully intermeshing, co-rotating twin screw extruders*, Polymer Engineering and Science, vol. 29, no. 15, p.1018-1026.

KALYON, D. M.; GOTSIS, A. D., YILMAZER, U.; GOGOS, C. G.; SANGANI, H.; ARAL, B.; TSENOGLOU, C. (hiver 1988) *Development of experimental techniques and simulation methods to analyze mixing in co-rotating twin screw extrusion*, Advances in Polymer Technology, vol. 8, no. 4, p.337-353.

KARIAN, H.G.; SCHREIBER, W.J. (1989) *Optimization of injection molded polypropylene composites*, ANTEC 89 - 47th Annual Technical Conference of SPE, p.316-319.

KATZ, H. S.; MILEWSKI, J. V. (eds) Handbook of Fillers for Plastics, Van Nostrand Reinhold Company.

KILHAM, L. B.; WEISS, S. (août 1989) *On-line analyzers boost extrusion productivity*, Modern Plastics, vol. 66, no. 8, p. 65, 67.

KOBALICEK, J.; GORIG, J.; MALIK, K.; DOHNAL, M.; KVAPILIK, M.; VYSTRCIL, J.; DOHNALOVA, J. (1993) *Examples of the application of fuzzy expert systems to rubber compounding*, Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications, vol. 19, p.159-173.

KURRER, H. (1993) *Direct Extrusion of Filled Polyolefins*, German Plastics, vol. 83, no. 1, p.3-5.

LAWRENCE, J. (novembre 1991) *Data Preparation for a Neural Network*, AI Expert, p.34-41

- LECUN, Y. (1985) *Une procédure d'apprentissage pour réseau à seuil assymétrique*, In Proceedings of Cognitiva, vol. 85, 599-604 (Paris)
- LEVITA, G.; MARCHETTI, A.; LASSERI, A. (1989) *Fracture of Ultrafine Calcium Carbonate Polypropylene Composites*, Polymer composites, vol. 10, no. 1, p. 39-43.
- LI, L.; MASUDA, T. (juillet 1990) *Effect of Dispersion of Particles on Viscoelasticity of CaCO<sub>3</sub>-Filled Polypropylene Melts*, Polymer Engineering and Science, vol. 30, no. 14, p.841-847.
- LINKO, P.; UEMURA, K.; ZHU, Y.-H.; EERIKÄINEN, T. (1992) *Neural Networks in Fuzzy Extrusion Control*, Institution of Chemical Engineers. Series no. 126, p.401-410.
- MACK, M. H. (août 1990) *Split-feed compounding of highly filled polymers*, Plastics Engineering, vol. 46, no. 8, p.31-32, 35-36.
- MACK, M. H. (décembre 1991) *Continuous Compounding of Color Masterbatches*, Plastics Engineering, vol. 47, no. 12, p.39-42.
- MALPASS, V.E.; KEMPTHORN, J.T.; DEAN, A.F. (1989) *Processing mineral filled polypropylenes for quality packaging*, ANTEC 89 - 47th Annual Technical Conference of SPE, p.183-186.
- METTLEN, D. (mars 1989) *On-line analysis of particles in polymer and copolymers. Analytical procedure applicable to melt as compared to the analysis of finished products*, German Plastics, vol. 79, no. 3, p. 18-20.
- MINSKY, M.; PAPERT, S. (1969) Perceptrons, Cambridge, MA : MIT Press (Expanded edition (1988) also published by MIT Press).
- MINSKY, M. (1954) *Neural Nets and the Brain-Model Problem*, PhD thesis, Princeton University, Princeton, NJ.
- MINSKY, M.; SELFRIDGE, O.G. (1961) *Learning in neural nets*, In Proceedings of the Fourth London Symposium on Information Theory, New York, Academic Press.
- MITSUISHI, K.; KODAMA, S.; KAWASAKI, H. (1985) *Mechanical Properties of Polypropylene Filled with Calcium Carbonate*, Polymer Engineering and Science, vol. 25, no. 17, p. 1069-73.

MUTAGAHYWA, B.M.; HEMSLEY, D.A. (1985) *A photometric method for the rapid indication of carbon black dispersion in rubber*, Plastics and Rubber processing and Applications, vol. 5, no. 3, p. 219-227.

NAKAMURA, S.; OKAMURA, K.; MIZUTANI, Y. (1991) *Uniform stretching behavior of polypropylene filled with calcium carbonate*, Kobunshi Ronbunshu/Japanese Journal of Polymer Science and Technology, vol. 48, no. 8, p.491-497.

NAKAMURA, S.; MIZUTANI, Y. (1991) *Melt flow behavior of polypropylene filled with surface-treated inorganic fillers*, Kobunshi Ronbunshu/Japanese Journal of Polymer Science and Technology, vol. 48, no. 10, p.619-625.

NAGO, S.; NAKAMURA, S., MIZUTANI, Y. (juillet 1992) *Structure of microporous polypropylene sheets containing CaCO<sub>3</sub> filler*, Journal of Applied Polymer Science, vol. 45, no. 9, p.1527-1535.

O'BRIEN, K. T. (Ed.) Applications of computer modeling for extrusion and other continuous polymer processes, Hanser Publishers, New-York.

PARKER, D.B. (1982) *Learnin-Logic*, Technical Report TR-47, MIT Center for Computational Research in Economics and management Science, Cambridge, MA.

PICHÉ, L.; HAMEL, A. (Octobre 1986) *Ultrasonic evaluation of filled polymers : I. Techniques and models for the elastic moduli of a resin filled with iron spherical inclusion*, Polymer Composite, vol. 7, no 5, p. 355-362.

PICHÉ, L.; HAMEL, A. (Février 1987) *Ultrasonic evaluation of filled polymers : II. Elastic moduli of a resin filled with iron inclusions of different aspect ratios*, Polymer Composite, vol. 8, no 1, p. 22-28.

POTENTE, H.; WENDEHALS, J. (1994) *The Use of Neural Network in Quality Assurance*, Polymer Processing Society, Akron.

PUKANSZKY, B. (1992) *Effect of Interfacial Interactions on the Deformation and Failure Properties of PP/CaCO<sub>3</sub> Composites*, New Polymeric Materials, vol. 3, no. 3, p. 205-217.

RAJU DAMARLA, T.; KARPUR, P.; BHAGAT, P.K. (1992) *A self-learning neural net for ultrasonic signal analysis*, Ultrasonics, Vol. 30, no. 5, p.317-323.

RENARD, F. (1995) *Réseaux de neurones couplés à la spectrophotométrie ultraviolette pour le contrôle automatique de la qualité des eaux*, Mémoire de maîtrise ès sciences appliquées, spécialité : génie chimique, Université de Sherbrooke, Canada, 79p.

RICH, E.; KNIGHT, K. (1991) Artificial Intelligence, 2nd ed., McGraw Hill.

RILEY, A.M.; PAYNTER, C.D.; McGENITY, P.M.; ADAMS, J.M. (1990) *Factors Affecting the Impact Properties of Mineral Filled Polypropylene*, Plastics and Rubber Processing and Applications, vol. 14, no. 2, p. 85-93.

ROSENBLATT, F. (1962) Principles of Neurodynamics : Perceptrons and the Theory of Brain Mechanisms, Washington , D.C.; Spartan Books.

RUMELHART, D.E.; McCLELLAND, J.L. (1986a) *PDP models and general issues in cognitive science*, In Parallel Distributed Processing, ed. D.E. Rumelhart, J.L. McClelland, and the PDP research Group, Cambridge, MA : MIT PRESS.

RUMELHART, D.E.; McCLELLAND, J.L. (1986b) *On learning the past tenses of English verbs*, In Parallel Distributed Processing, ed. D.E. Rumelhart, J.L. McClelland, and the PDP research Group, Cambridge, MA : MIT PRESS, pp. 216-271

RUMELHART, D.E.; HINTON, G.E.; WILLIAMS, R.J. (1986c) *Learning internal representations by error propagation*, In Parallel Distributed Processing, ed. D.E. Rumelhart, J.L. McClelland, and the PDP research Group, Cambridge, MA : MIT PRESS, p318-362.

RUSS, J. C. (1992) The Image Processing handbook, CRC Press, 445p.

RWEI, S.P.; MANAS-ZLOCZOWER, I. (juin 1990) *Observation of Carbon black Agglomerate Dispersion in Simple Shear Flows*, Polymer Engineering and Science, vol. 30, no. 12, p.701-706.

SACHSE, W.; GRABEC, I.; SRIBAR, R. (1991) *Intelligent processing of ultrasonic signals for quantitative materials testing*, Ultrasonics symposium - IEEE, p. 767-775.

SAWYER, L. C.; GRUBB, D. T. (1987) Polymer Microscopy, Chapman and Hall, Cambridge, 291p.

SHIGA, S.; FURUTA, M. (1985) *Processability of EPR in an internal mixer (II) - Morphological changes of carbon black agglomerates during mixing*, Rubber Chem. Technol. , vol.58,no. 1

SUCHANEK, H.J. (1983) *Investigations into the determination of mixing homogeneity in extrudates*, 41th Annual Technical Conference (SPE) - ANTEC 83. Engineering Today for Tomorrow's World, p.117-120.

SUETSUGU, Y.; KIKUTANI, T.; KYU, T.; WHITE, J.L. (février 1990) *Experimental technique for characterizing dispersion in compounds of particulates in thermoplastics using small-angle light scattering*, Colloid and Polymer Science, vol. 268, no. 2, p.118-131.

SUETSUGU, Y. (1990) *State of Dispersion - Mechanical Properties Correlation in Small Particle Filled Polymer Composites*, International Polymer Processing, vol. 3, p.184-190.

SUETSUGU, Y.; WHITE, J.L.; KYU, T. (1987) *Development of dispersion in the mixing of calcium carbonate into polymer blends in an internal mixer*, Advances in Polymer Technology, vol. 7, no. 4, p.427-449.

THIELE, W.; PETROZELLI, W.; MARTIN, C. (1991) *Compounding properties of co-rotating and counterrotating intermeshing twin-screw extruders for radio-opaque polyurethane*, In Search of Excellence Annual Technical Conference. ANTEC. 49th Annual Technical Conference- ANTEC '91, vol. 37, p.1849-1853.

TUCKER, C. L. (1992) Fundamentals of Modeling for Polymer Processing, Hanser Publishers, New York.

UNDERWOOD, E. E. (1970) Quantitative Stereology. Addison-Wesley Publishing Company, Philippines.

VANDER DOOI, J.P.; HALL, D.R. (1989) *Improving the processing of thermoplastic compounds with modifiers*, Annual Technical Conference (SPE) ANTEC 89 - 47th Annual Technical Conference of SPE, p.1365-1367.

VOLLENBERG, P.H. TH.; HEIKENS, D. (1990) *The Mechanical Properties of Chalk-filled Polypropylene : A Preliminary Investigation*, Journal of Materials Science, vol. 25, p. 3089-95.

WALPOLE, R. E.; MYERS, R. H. (1989) Probability and Statistics for Engineers and Scientists. Fourth editions, MacMillan Publishing company, New York, 765p.

WANG, Y. (1994) *Impact Properties of Calcium Carbonate/Polypropylene Composites from Single Screw Extrusion Compounding*, Polymer Processing Society (PPS), Akron.

WERBOS, P. (1974) *Beyond Regression : New Tools for Prediction and Analysis in the Behavioral Sciences*, PhD Thesis, Harvard Cambridge, MA.

WIDROW, B.; HOFF, M. (1960) *Adaptive switching circuits*, IRE WESCON Convention Record, Part. 4, p.96-104.

WILDEMUTH, C.R.; WILLIAMS, M.C. (1984) *Viscosity of suspension modeled with a shear-dependent maximum packing fraction*, Rheologica Acta, vol. 23, p. 627-635.

# **Annexe A**

(Fiche technique pour la charge minérale utilisée)



TABLEAU A.1 : FICHE TECHNIQUE DU CARBONATE DE CALCIUM TYPE CAMEL CAL TRAITÉ ET NON-TRAITÉ

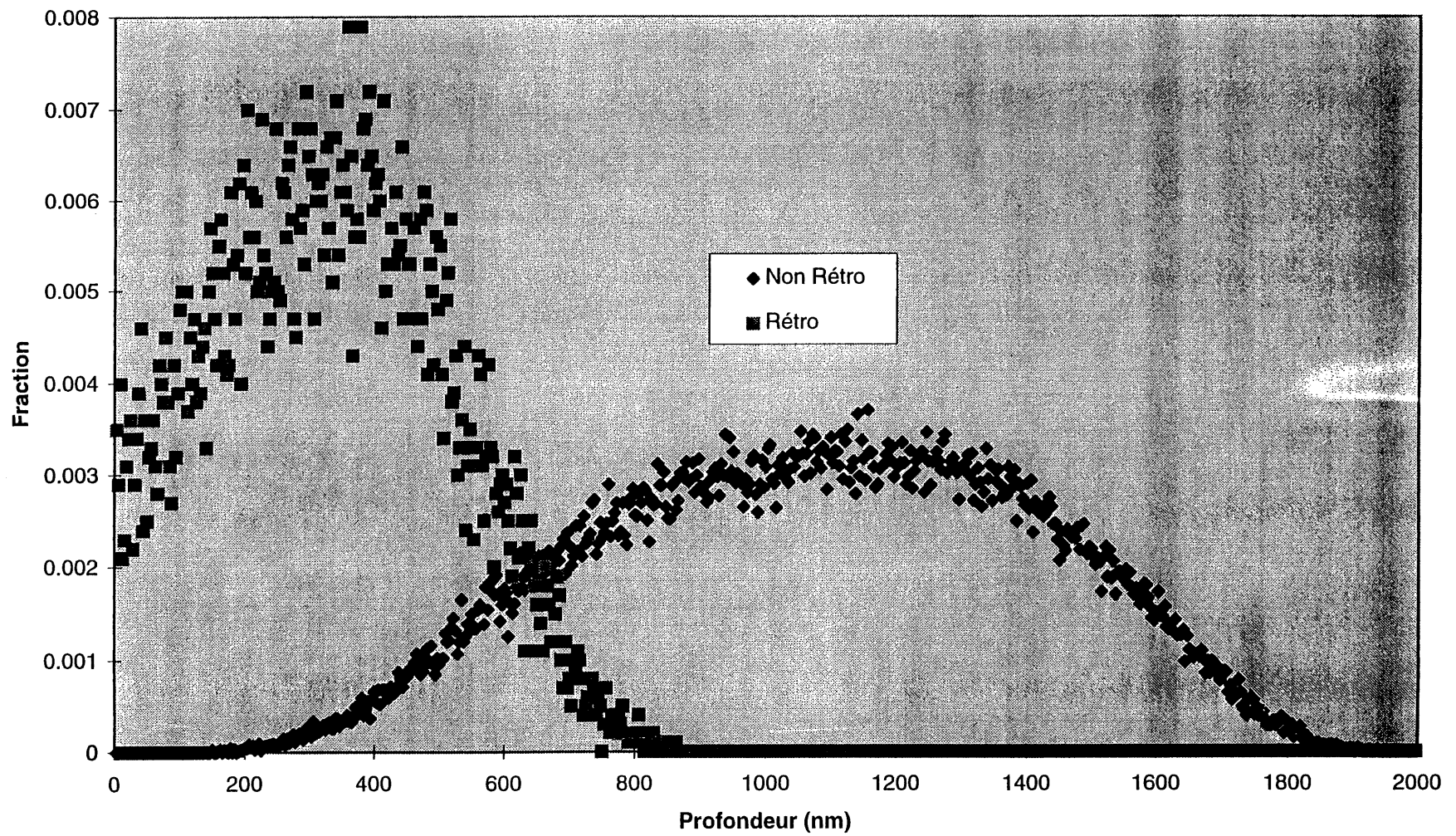
	Sec et ST sec	Vrac
Densité (solides)	2.70-2.71	2.70-2.71
Poids par gallon - solides (lbs)	22.57	-
Poids par gallon-Vrac (lbs à 25°C)	-	5.8-6.0
Diamètre moyen de particules (microns, sedigraph)	0.7	0.7
% Plus petit que 2 microns	90	90
Solides, % poids	-	75 ± 0.5
Solides, % volume	-	52.6
pH	9.5	9.5
Viscosité Brookfield, cps (100rpm, spindle 3)	-	90-150
Brillance sèche (min.)	96	96
Indice de réfraction	1.6	1.6
Dureté mho	3	3
Solubilité des solides dans l'eau (%poids)	0.14	0.14
Densité en vrac lbs/pi <sup>3</sup>	35	
Densité en vrac lbs/pi <sup>3</sup> ST	25	
Traitement de surface (ST) % poids	1	

Distribution de particules :

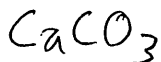
Plus fines que 7 microns	100 %
Plus fines que 5 microns	99 %
Plus fines que 4 microns	98 %
Plus fines que 3 microns	96 %
Plus fines que 2 microns	90 %
Plus fines que 1 microns	65 %

# **Annexe B**

(Résultats des simulations de Monte-Carlo)



Graphique B.1 : Simulation de Monte-Carlo pour une surface de carbonate de calcium pure.



1 3 C 0.120 O 0.480 Ca 0.400

Modele d'energie perdue (dE/dS) de Joy et Luo [1989] et la parametrisation de

Gauvin et L'Esperance [1992] pour la valeur de k

Modele de la section efficace total de Mott interpolee.

Potentiel R (Hartree-Fock relativiste, approximation de Beihring

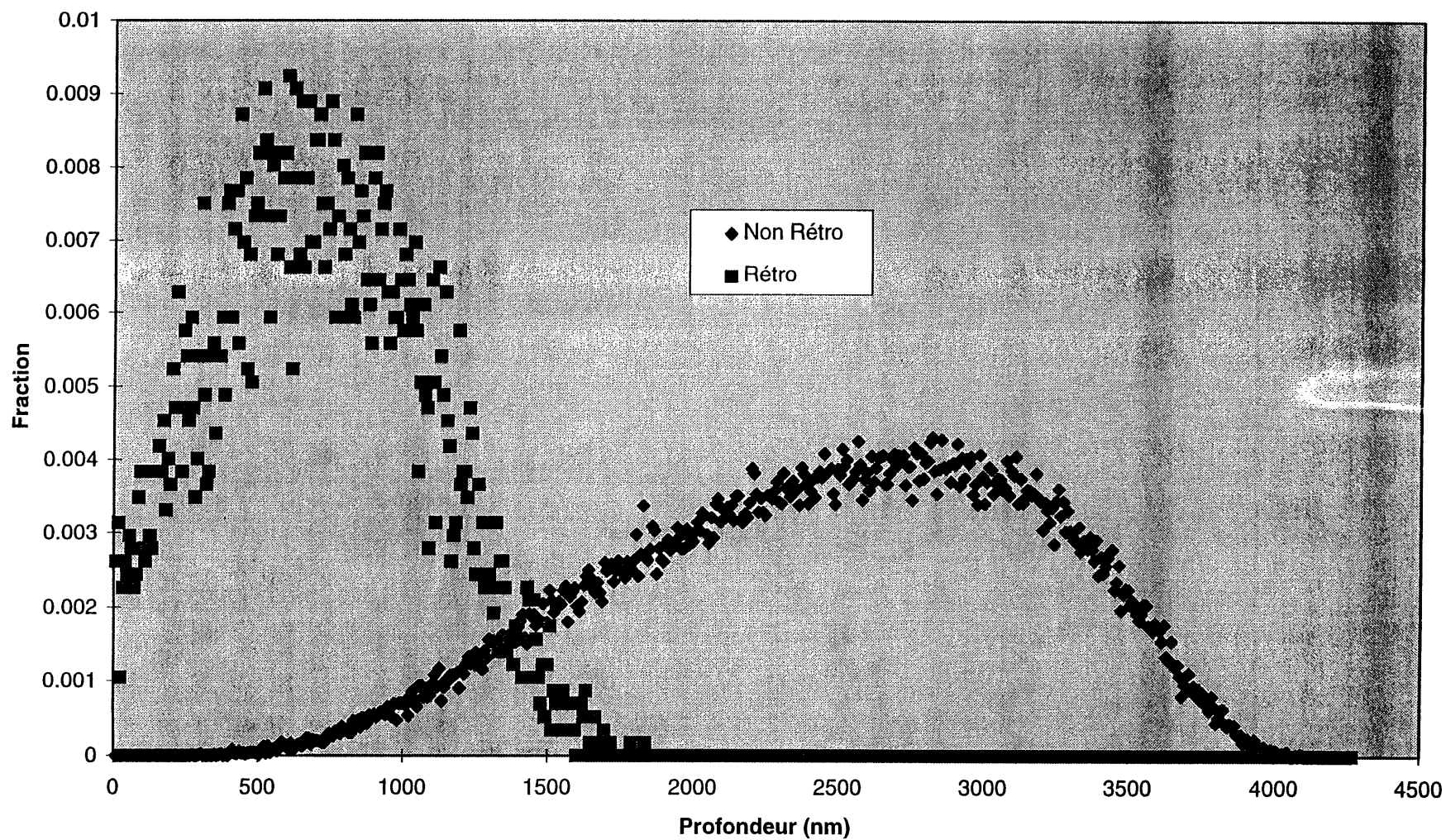
Modele de la section efficace partielle de Mott interpolee.

Potentiel R (Hartree-Fock relativiste,

approximation de Beihring

Forme : Plan horizontaux

Tension acceleration	:	10.000000
Nombre electron simule	:	100000
TOA du detecteur RX	:	39.999999
Angle Polaire du Det. RX	:	0.000000
Diametre du faisceau	:	30
Angle Polaire du faisceau:	:	0.000000
Coefficient Retrodiffuse :	:	0.100090
Gain Detecteur	:	53.256968
Fraction Detectee	:	0.035660
Fraction de Secondaire	:	0.000000
Coefficient Transmit	:	0.000000
Nombre Collision Moyenne	:	186.810570
Trajet Moyen	:	11.062159
Energie perdue moyenne	:	-0.007269
Angle polaire moyenne	:	10.837219
Angle azimuthal moyenne	:	180.007223
Position en X moyenne	:	-1.029801
Position en Y moyenne	:	2.235276
Position en Z moyenne	:	718.419279
Profondeur max. moyenne	:	1004.268137
Position du faisceau	:	(0.000000,0.000000)



Graphique B.2 : Simulation de Monte-Carlo pour une surface de polypropylène.

C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>

1 2 H 0.144 C 0.856

Modele d'energie perdue (dE/dS) de Joy et Luo [1989] et la parametrisation de

Gauvin et L'Esperance [1992] pour la valeur de k

Modele de la section efficace total de Mott interpolee.

Potentiel R (Hartree-Fock relativiste, approximation de Beihring

Modele de la section efficace partielle de Mott interpolee.

Potentiel R (Hartree-Fock relativiste,

approximation de Beihring

Forme : Plan horizontaux

Tension acceleration :	10.000000
Nombre electron simule :	100000
TOA du detecteur RX :	39.999999
Angle Polaire du Det. RX :	0.000000
Diametre du faisceau :	30
Angle Polaire du faisceau:	0.000000
Coefficient Retrodiffuse :	0.057320
Gain Detecteur :	29.864227
Fraction Detectee :	0.020480
Fraction de Secondaire :	0.000000
Coefficient Transmit :	0.000000
Nombre Collision Moyenne :	202.679820
Trajet Moyen :	21.411204
Energie perdue moyenne :	-0.004288
Angle polaire moyenne :	10.318239
Angle azimuthal moyenne :	180.042291
Position en X moyenne :	-0.631265
Position en Y moyenne :	5.365198
Position en Z moyenne :	1742.246709
Profondeur max. moyenne :	2370.382547
Position du faisceau :	(0.000000,0.000000)

# **Annexe C**

(Données brutes et erreurs commises)

	K CaCO3		Type CaCO3	PROFIL DE TEMP		Q PF	RPM de	Val 2/1		Val 3/1	Val 4/1	Val 5/1	RPM	Anges	Mail T	Mail F	Dm P1	Dm P2	Dm P3	Coulante de deposition	% dév	Pyrolyse à 1000°	% in	Pyrolyse à 1200°	Indice de deposition	
	%	kg/h		mm	°C	kg/h	RPM	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	
N1351000	0	0	0	5	185	225	3.5	100	904.39	3.73051	904.103	3.68803	-0.0245	104.808	13.9057	228.998	755.422	248.478	165.069	88.8914	38.3844	0.1756	0.1762	0.1659	0.172547	
N1351005	5	0.1842	0	5	185	225	3.5	100	897.022	7.38192	896.824	7.17979	-0.0287	106.751	15.3021	230.31	825.778	270.183	179.5	96.3146	41.8193	5.1636	4.9329	4.8946	4.996995	0.825
N1351009	10	0.3889	0	5	185	225	3.5	100	889.656	11.3879	889.281	11.3108	0.07296	106.805	16.2133	230.518	862.387	282.295	187.451	99.6663	43.9505	9.6236	9.7781	9.4662	9.622637	0.827
N1351001	15	0.6176	0	5	185	225	3.5	100	881.975	15.2575	881.845	15.1382	0.04436	106.869	17.3528	230.572	906.193	296.226	195.839	103.538	46.346	14.5473	14.6720	14.9700	14.72975	0.827
N1351002	20	0.875	0	5	185	225	3.5	100	876.064	17.9059	876.461	17.4722	-0.5282	106.898	18.6109	230.982	978.413	318.798	210.333	110.436	50.116	19.0446	19.2128	19.0142	19.09052	0.794
N1751000	0	0	0	5	185	225	7.5	100	904.948	3.26791	904.694	3.15611	-0.0726	105.077	20.7783	230.91	1061.29	337.217	224.11	119.829	52.2871	0.0722	0.0494	0.0906	0.070746	
N1751005	5	0.3947	0	5	185	225	7.5	100	899.159	7.628	898.952	7.31136	0.05437	105.129	23.1134	231.073	1131.64	358.169	238.082	126.784	55.6535	4.8364	4.8031	4.7557	4.799062	0.700
N1751009	10	0.8333	0	5	185	225	7.5	100	892.699	12.4865	892.519	12.2975	-0.2598	105.196	24.5853	231.151	1195.17	379.312	252.013	133.444	59.137	9.6590	9.8275	9.5576	9.681353	0.691
N1751001	15	1.3235	0	5	185	225	7.5	100	886.705	17.0962	886.158	20.5259	-0.2162	101.919	26.4799	231.361	1262.74	400.561	265.984	139.755	62.7299	14.7261	14.5218	14.0191	14.42235	0.652
N1351750	0	0	0	5	185	225	3.5	175	889.128	4.28778	888.78	4.38229	0.02963	181.474	12.4906	230.421	702.911	233.989	156.255	84.4305	35.9724	0.1662	0.1502	0.1469	0.154398	
N1351755	5	0.1842	0	5	185	225	3.5	175	879.966	8.16647	879.799	8.00587	0.03688	181.495	13.9121	230.652	780.242	257.647	172.077	92.5398	39.7122	4.9007	4.7578	5.2665	4.975007	0.852
N1351759	10	0.3889	0	5	185	225	3.5	175	865.547	11.5164	865.233	10.9095	-0.1111	182.318	15.472	228.581	972.226	263.159	174.916	93.4858	40.8104	10.2178	10.1817	10.0789	10.15947	0.819
N1351751	15	0.6176	0	5	185	225	3.5	175	865.835	14.5817	865.125	14.9744	-0.1735	182.579	15.971	229.757	839.394	277.366	183.911	97.2985	43.3104	15.1891	15.6835	14.5894	15.15399	
N1351752	20	0.875	0	5	185	225	3.5	175	851.047	17.8078	850.404	30.3417	-0.0598	182.891	16.7502	230.75	907.252	297.784	196.812	103.052	46.8375	19.4526	19.3578	19.8039	19.53809	0.800
N1751750	0	0	0	5	185	225	7.5	175	890.017	3.81088	889.826	4.29677	-0.041	181.13	18.3701	230.83	965.693	313.191	208.188	111.548	48.4998	0.0649	0.0771	0.1084	0.083466	
N1751755	5	0.3947	0	5	185	225	7.5	175	881.165	8.00025	881.046	7.86269	0.18156	181.153	20.1788	231.254	1053.01	339.688	225.843	120.494	52.7213	4.7646	4.5047	4.7037	4.674333	0.811
N1751759	10	0.8333	0	5	185	225	7.5	175	873.263	12.1577	873.159	12.3133	-0.1434	181.232	21.3187	231.652	1114.2	359.323	238.778	126.716	55.9474	9.7741	10.2979	10.0359	10.03597	0.784
N1751751	15	1.3235	0	5	185	225	7.5	175	865.959	15.763	865.746	14.474	-0.0094	181.297	22.2777	232.046	1173.31	380.378	252.444	132.853	59.5355	14.8540	15.0104	14.9672	14.94385	0.764
N1751752	20	1.875	0	5	185	225	7.5	175	857.938	19.4616	858.977	19.8991	0.2829	181.388	23.2642	232.544	1252.58	402.779	266.489	138.738	63.5079	19.2841	19.6795	18.2058	19.05648	0.762
N1353000	0	0	0	5	185	225	3.5	300	866.448	4.62801	866.13	4.39464	-0.0823	302.543	11.524	229.428	497.59	171.849	114.519	62.5858	26.2804	0.0835	0.0688	0.0741	0.074792	
N1353005	5	0.1842	0	5	185	225	3.5	300	851.388	8.73357	850.909	8.79741	-0.4327	302.712	13.3232	230.601	680.717	223.95	149.721	80.9512	34.3944	5.0964	4.3157	5.3842	4.932116	0.850
N1353009	10	0.3889	0	5	185	225	3.5	300	841.278	13.0753	841.233	12.0787	0.93416	302.832	14.4791	231.311	724.343	243.752	162.805	87.4384	37.597	8.9813	10.3184	9.7864	9.69535	0.875
N1353001	15	0.6176	0	5	185	225	3.5	300	833.025	17.0945	832.868	18.1248	0.32826	302.934	14.9518	231.731	771.781	259.345	172.949	92.2028	40.2016	14.4453	15.2796	14.8605	14.8605	0.834
N1353002	20	0.875	0	5	185	225	3.5	300	825.026	20.5857	825.026	32.07	-0.353	303.046	15.6027	232.297	847.159	281.531	187.466	98.826	43.9448	18.9568	18.6028	19.7949	19.11819	0.812
N1753000	0	0	0	5	185	225	7.5	300	865.654	5.94156	865.923	6.85213	-0.2746	301.085	16.0903	230.654	812.477	266.141	178.084	95.5996	41.0192	0.0684	0.0671	0.0681	0.067862	
N1753005	5	0.3947	0	5	185	225	7.5	300	854.922	12.2023	854.922	12.2023	-0.0821	301.484	17.419	232.196	960.756	309.797	207.099	110.749	47.8758	5.1550	4.6865	4.9299	4.932818	0.761
N1753009	10	0.8333	0	5	185	225	7.5	300	845.259	15.6362	845.561	32.8111	-0.057	302.362	18.6788	232.247	1033.4	334.608	223.31	118.967	51.8667	9.6889	9.9900	9.5422	9.740355	0.709
N1753001	15	1.3235	0	5	185	225	7.5	300	836.759	18.1384	836.163	17.616	0.48235	301.957	18.9522	232.162	1082.73	348.492	232.213	122.806	54.2829	14.6622	14.6295	14.6122	14.63699	0.799
N1753002	20	1.875	0	5	185	225	7.5	300	827.315	21.7206	827.315	34.2303	0.38563	302.124	20.0386	233.896	1155.39	370.616	246.273	129.005	58.113	14.8672	19.0095	18.6782	17.5183	0.750
N2351000	0	0	0	0	200	200	3.5	100	954.573	3.98247	954.335	4.03638	0.10181	104.754	14.3937	205.299	965.755	317.623	214.21	112.658	49.2988	0.1893	0.1794	0.1691	0.179268	
N2351005	5	0.1842	0	0	200	200	3.5	100	945.68	6.42927	945.464	6.42927	0.11078	104.72	15.7177	205.37	996.022	327.29	220.663	115.896	50.8451	4.9302	5.0639	5.1034	5.032507	0.809
N2351009	10	0.3889	0	0	200	200	3.5	100	937.15	8.87561	936.902	8.93078	-0.2837	104.68	16.5787	205.424	1033.17	339.491	228.81	119.926	52.8106	10.0606	9.9525	9.2923	9.768458	0.820
N2351001	15	0.6176	0	0	200	200	3.5	100	928.272	12.1132	928.008	11.9474	-0.1328	104.654	17.7634	205.581	1084.53	356.281	240.052	125.347	55.5449	14.3711	14.9457	14.8007	14.70583	0.852
N2351002	20	0.875	0	0	200	200	3.5	100	921.799	14.9642	921.565	14.544	0.39324	104.65	18.7582	205.656	1140.06	373.859	251.681	130.718	58.4811	18.1885	19.7372	19.2018	19.04249	0.798
N2751000	0	0	0	0	200	200	7.5	100	949.944	3.2442	949.741	3.15785	0.04148	104.296	21.6	203.995	1271.28	403.68	272.18	142.77	62.755	0.0857	0.0797	0.0790	0.081471	
N2751005	5	0.3947	0	0	200	200	7.5	100	942.022	6.56218	941.804	6.52501	0.10826	104.407	24.0816	204.725	1318.01	418.078	281.769	147.678	65.0375	4.8290	4.9045	4.9436	4.89238	0.776
N2751009	10	0.8333	0	0	200	200	7.5	100	934.646	10.4064	934.374	10.2702	0.09689	104.535	25.4192	205.337	1371.93	434.955	293.143	153.385	67.7243	9.7352	9.8240	10.0022	9.853779	0.781
N2751001	15	1.3235	0	0	200	200	7.5	100	928.538	14.5532	928.284	14.0908	-0.1333	103.265	27.405	206.262	1444.53	457.316	308.171	160.81	71.3167	14.9597	14.6444	14.7900	14.79802	0.777
N2351750	0	0	0	0	200	200	3.5	175	929.411	4.00615	929.104	4.33788	-0.0558	183.068	13.2968	205.824	839.192	283.233	191.493	100.252	44.0111	0.1359	0.1210	0.1337	0.13021	
N2351755	5	0.1842	0	0	200	200	3.5	175	919.953	7.48623	919.701	7.72416	-0.1946	183.19	14.7684	206.197	914.96	306.338	206.858	108.731	47.5291	5.0833	4.8051	4.8631	4.91716	0.863
N2351759	10	0.3889	0	0	200	200	3.5	175	911.303	10.0605	911.099	10.1317	0.10941	183.28	15.5664	206.431	957.518	319.539								



S1351001	15	0.6176	1	5	185	225	3.5	100	880.265	11.1989	880.161	10.5051	0.13302	105.776	14.7044	228.935	833.344	258.437	190.325	102.616	37.4786	14.6022	14.6500	14.7970	14.6831	0.872
S1351002	20	0.875	1	5	185	225	3.5	100	871.252	13.44	870.938	13.0475	0.02564	105.776	15.357	229.245	865.757	268.459	196.802	105.409	39.2173	19.1058	19.4661	19.6373	19.40306	0.853
S1751005	5	0.3947	1	5	185	225	7.5	100	897.077	6.58779	896.939	6.34618	-0.0939	105.814	22.2853	229.968	1090.71	331.065	232.508	127.228	49.0275	4.9872	5.0633	4.9890	5.013171	0.781
S1751009	10	0.8333	1	5	185	225	7.5	100	890.774	10.8263	890.513	10.6879	-0.2008	105.874	23.1547	230.21	1138.24	346.131	242.88	132.255	51.442	9.7642	9.8917	9.8918	9.849236	0.722
S1751001	15	1.3235	1	5	185	225	7.5	100	884.175	14.8883	883.842	13.7663	-0.0865	106.342	23.9025	230.412	1185.62	360.422	253.027	136.921	53.7571	14.8370	14.8634	14.5952	14.76521	0.754
S1751002	20	1.875	1	5	185	225	7.5	100	877.285	18.0535	877.674	17.2734	1.01091	106.508	24.6001	231.211	1227.53	373.018	261.137	140.265	55.9827	18.9076	19.5646	19.6798	19.38399	0.783
S1351755	5	0.1842	1	5	185	225	3.5	175	875.6	6.89617	875.452	6.93904	-0.0825	181.756	14.7141	230.302	724.825	225.752	166.355	86.566	33.4774	5.4692	5.1248	5.4313	5.341748	0.864
S1351759	10	0.3889	1	5	185	225	3.5	175	867.073	8.83763	866.785	8.55503	-0.2524	181.833	15.0996	230.48	752.848	234.325	172.082	89.2125	34.9028	8.2171	9.1406	8.678885	0.759	
S1351751	15	0.6176	1	5	185	225	3.5	175	858.511	10.9838	858.463	11.0416	-0.0601	181.919	15.5192	230.677	779.161	242.807	177.684	91.7696	36.3281	14.7398	14.3930	14.8373	14.65666	0.867
S1351752	20	0.875	1	5	185	225	3.5	175	850.602	13.1207	849.97	12.7974	-0.0122	181.943	16.2665	230.761	817.601	253.68	185.085	95.2929	38.1439	18.8579	18.9501	18.8575	18.88851	0.848
S1751755	5	0.3947	1	5	185	225	7.5	175	877.28	7.37362	877.298	7.56649	0.00531	181.273	20.3324	228.547	1006.29	292.485	217.555	120.152	41.45	4.8696	4.9100	4.9656	4.915085	0.776
S1751759	10	0.8333	1	5	185	225	7.5	175	869.491	10.5659	869.259	10.5955	-0.0629	181.464	20.6525	229.54	1048.21	298.447	226.173	124.251	41.8982	9.9344	10.0425	9.7535	9.910131	0.818
S1751751	15	1.3235	1	5	185	225	7.5	175	862.268	13.4738	862.386	12.656	-0.0824	181.698	21.2375	230.158	1093.84	323.327	235.643	128.456	46.8711	14.4595	14.8823	14.7821	14.70797	0.710
S1751752	20	1.875	1	5	185	225	7.5	175	855.181	15.8167	853.291	32.2572	0.26905	182.12	21.4077	231.22	1129.89	340.41	242.403	131.169	50.3272	18.8820	18.9192	19.4317	19.07763	0.791
S1353005	5	0.1842	1	5	185	225	3.5	300	845.262	6.98086	844.976	6.3995	-0.0145	300.831	14.591	230.667	609.403	196.418	146.963	77.3774	28.6321	5.0887	5.1898	4.9606	5.079684	0.868
S1353009	10	0.3889	1	5	185	225	3.5	300	834.998	9.40305	834.858	9.51866	0.15937	301.039	14.9168	231.229	657.543	210.629	155.171	81.9719	30.945	9.4584	9.5392	9.6450	9.547514	0.903
S1353001	15	0.6176	1	5	185	225	3.5	300	826.376	12.0651	825.917	11.6865	-0.1615	301.328	15.37	231.5	688.249	218.525	161.239	84.0826	32.3365	14.6696	14.5837	14.4399	14.5644	0.878
S1353002	20	0.875	1	5	185	225	3.5	300	818.252	13.7864	818.291	12.7738	0.04165	301.597	15.5199	231.909	722.084	227.771	167.268	86.4983	33.9793	19.3433	20.2428	19.6262	19.73744	0.857
S1753005	5	0.3947	1	5	185	225	7.5	300	848.904	10.9983	849.457	11.7298	0.0559	303.805	19.3752	232.041	891.093	291.036	205.86	113.061	42.807	4.9724	4.7814	4.9535	4.902452	0.874
S1753009	10	0.8333	1	5	185	225	7.5	300	842.026	13.642	843.062	12.3299	0.28769	304.345	18.9327	232.968	971.414	314.677	221.153	120.409	46.726	9.2402	9.6120	9.3483	9.400122	0.855
S1753001	15	1.3235	1	5	185	225	7.5	300	833.487	15.7743	798.882	33.7783	0.3079	304.52	18.5422	233.474	1001.49	323.147	226.723	122.909	48.1621	14.1251	14.2302	13.9334	14.09622	0.837
S1753002	20	1.875	1	5	185	225	7.5	300	826.708	17.1151	826.543	17.2788	-0.046	304.675	18.5762	233.419	1037.76	333.901	233.993	126.229	49.9499	11.4255	17.9721	13.1755	14.19107	0.845
S2351005	5	0.1842	1	0	200	200	3.5	100	942.929	5.51359	942.734	5.65041	0.16795	105.519	15.3954	202.931	928.541	288.693	208.957	110.175	42.9378	4.6155	4.5745	4.8606	4.68353	0.883
S2351009	10	0.3889	1	0	200	200	3.5	100	933.15	7.52388	932.86	7.62428	0.13321	105.553	15.5695	203.554	941.014	291.674	210.927	111.119	43.4275	9.6898	9.6564	9.7867	9.710945	0.873
S2351001	15	0.6176	1	0	200	200	3.5	100	922.375	10.2962	922.054	10.0952	0.01333	105.611	15.7918	203.992	972.252	301.182	217.441	114.536	44.8928	14.9649	14.9487	14.8888	14.93414	0.865
S2351002	20	0.875	1	0	200	200	3.5	100	912.715	12.2331	912.525	11.7358	-0.1096	105.657	16.2853	204.224	1004.93	310.876	223.909	117.682	46.4676	19.9081	19.9196	19.6478	19.82515	0.837
S2751005	5	0.3947	1	0	200	200	7.5	100	939.462	5.36748	939.235	5.35644	0.03845	105.673	21.5203	204.649	1255.31	383.917	272.663	143.75	57.7656	4.9109	4.9135	5.1133	4.979216	0.812
S2751009	10	0.8333	1	0	200	200	7.5	100	929.953	8.08751	929.66	7.9819	0.12459	105.754	22.0984	204.884	1280.08	391.335	277.661	146.301	58.9363	9.7833	9.7740	9.8198	9.792347	0.855
S2751001	15	1.3235	1	0	200	200	7.5	100	921.482	11.4787	921.15	11.056	0.05947	105.773	22.931	205.276	1326.28	405.972	287.552	151.393	61.232	14.5042	14.6430	14.6278	14.59167	0.812
S2751002	20	1.875	1	0	200	200	7.5	100	914.176	14.6316	913.937	13.7779	-0.2225	105.845	24.0072	205.619	1381.58	421.929	297.57	156.761	63.7791	19.4079	19.1272	19.4059	19.31365	0.837
S2351755	5	0.1842	1	0	200	200	3.5	175	920.381	6.68972	920.097	6.77783	0.06263	179.226	14.3383	204.313	866.951	280.694	199.478	104.008	42.4972	4.7483	5.1463	4.5568	4.817119	0.874
S2351759	10	0.3889	1	0	200	200	3.5	175	910.542	8.52581	910.362	8.47744	0.03072	179.253	14.7368	204.593	894.048	288.376	204.806	106.692	43.6992	9.8402	9.8818	9.4782	9.733391	0.891
S2351751	15	0.6176	1	0	200	200	3.5	175	901.31	10.0833	901.139	9.94369	-0.1619	179.265	15.1198	205.009	920.616	211.594	211.594	110.167	45.2302	14.8072	14.4622	14.6541	14.6412	0.868
S2351752	20	0.875	1	0	200	200	3.5	175	892.349	12.0731	892.104	11.9869	-0.0196	179.287	15.8464	205.319	962.5	308.924	218.779	113.527	46.9975	19.6617	19.3498	18.8892	19.30022	0.853
S2751755	5	0.3947	1	0	200	200	7.5	175	918.179	6.23746	918.037	6.40185	-0.0203	181.382	20.7954	206.223	1161.84	366.361	257.265	135.052	55.6352	4.9497	5.2824	5.0682	5.10009	0.872
S2751759	10	0.8333	1	0	200	200	7.5	175	908.791	8.38664	908.688	8.42635	0.18438	181.578	21.1101	206.492	1185.45	373.13	261.922	137.371	56.7055	9.4500	9.5434	10.0182	9.670495	0.881
S2751751	15	1.3235	1	0	200	200	7.5	175	900.092	10.7658	899.91	10.534	0.15352	180.383	21.6963	206.725	1244.4	390.846	273.895	143.517	59.4884	14.4583	14.5289	15.1743	14.72051	0.831
S2751752	20	1.875	1	0	200	200	7.5	175	890.993	13.7664	890.741	13.3717	0.10727	180.522	22.4153	207.111	1299.57	407.363	284.896	148.903	62.1656	18.9141	19.2264	19.4344	19.19165	0.827
S2353005	5	0.1842	1	0	200	200	3.5	300	883.419	6.89087	883.18	6.79532	0.04157	302.71	13.5505	204.616	758.328	252.436	180.851	95.1824	37.823	4.7668	5.0291	4.7884	4.861428	0.860
S2353009	10	0.3889	1	0	200	200	3.5	300	873.889	8.85149	873.636	8.92626	-0.1281	302.75	13.9231	205.413	784.092	259.65	185.505	97.0345	39.1129	8.1750	8.1532	9.1967	8.50831	0.863
S2353001	15	0.6176	1	0	200	200	3.5	300	864.14	10.9643	863.976	10.9431	-0.2254	302.843	14.3867	205.882	831.543	273.897	195.158	101.751	41.4051	14.4374	14.6395	14.5935	14.55678	0.870
S2353002	20	0.875	1	0	200	200	3.5	300	855.234	13.1963	854.756	13.1054	0.2408	302.859	14.6794	206.289	856.696	281.965	200.579	104.271	42.7397	19.1736	18.6956	19.3045	19.0579	0.871
S2753005	5	0.3947	1	0	200	200	7.5	300	882.603	10.3361	883.517	10.1349	0.11794	30												

entry	Vol 2/I mV	Alt 2/I dB/cm	Vol 3/I mV	Alt 3/I dB/cm	Alt 1 dB/cm	RPM RPM	Amplitude A	Mod T C	Mod P mV	Die P1 mV	Die P2 mV	Die P3 mV	Stress MPa
n1351000	0.386885	0.04456	0.381146	0.042777	0.053737	0.149183	0.233363	0.265735	11.83416	3.682505	2.497426	1.297338	0.574023
n1351005	0.355419	0.099608	0.346743	0.105887	0.119454	0.182636	0.286153	0.216492	17.30935	5.05541	3.419045	1.77688	0.789037
n1351009	0.415256	0.158029	0.442211	0.135294	0.187912	0.192382	0.282051	0.222853	14.52994	4.299889	2.875261	1.240685	0.776951
n1351001	0.807007	0.176046	0.71331	0.177945	0.156859	0.208521	0.383201	0.361143	14.74016	4.34874	2.893713	1.832294	0.643044
n1351002	0.532749	0.142333	0.540041	0.255321	0.208649	0.281016	0.409449	0.288945	22.96392	5.108324	3.469903	1.801695	0.79641
n1751000	0.383859	0.035111	0.377775	0.024141	0.04483	0.283813	0.450275	0.064734	11.87161	3.774852	2.557587	1.336682	0.586891
n1751005	0.385528	0.148578	0.371144	0.138997	0.161244	0.362726	0.528104	0.156407	13.54557	3.969805	2.696808	1.403978	0.617914
n1751009	0.349092	0.212766	0.371612	0.205551	0.236342	0.396207	0.590823	0.12765	12.69687	3.783939	2.56223	1.344265	0.588741
n1751001	0.91052	0.482109	0.50438	0.381734	0.678583	1.003829	0.657354	0.183062	13.27623	3.903087	2.642392	1.342474	0.618843
n1351750	0.615381	0.07286	0.617738	0.106395	0.060396	0.122834	0.185972	0.342563	13.1918	4.041429	2.744449	1.435886	0.627026
n1351755	0.840932	0.167209	0.817272	0.22133	0.157805	0.153096	0.215378	0.468301	14.77003	4.369694	2.960221	1.545745	0.679642
n1351759	0.633663	0.1511	0.59628	0.190241	0.167012	0.167755	0.257259	0.646259	20.56224	5.270326	3.580142	1.886085	0.814745
n1351751	0.998218	0.241213	1.06494	0.514603	0.354353	0.204004	0.332367	0.685386	16.60829	5.173445	3.511553	1.747597	0.828745
n1351752	0.504539	0.231672	0.352828	1.071944	0.31582	0.231205	0.36902	0.554039	16.61948	4.800819	3.19273	2.00174	0.707766
n1751750	0.375516	0.11659	0.391638	0.163518	0.079436	0.146234	0.261259	0.47257	16.56905	3.925868	2.654343	1.38985	0.610688
n1751755	0.387726	0.172276	0.370359	0.185386	0.183138	0.209322	0.363479	0.345186	14.7045	4.363067	2.943417	1.537371	0.680389
n1751759	0.548869	0.180404	0.593478	0.176795	0.231664	0.228043	0.359836	0.488043	14.20645	4.212789	2.864396	1.46785	0.661363
n1751751	0.532594	0.18074	0.469167	0.170258	0.266847	0.237542	0.36414	0.493104	23.44553	4.690708	3.161546	1.655077	0.731835
n1751752	0.626943	0.30276	0.650795	0.754476	0.491326	0.247439	0.389386	0.388862	13.19317	4.045448	2.741028	1.434396	0.630858
n1353000	0.835688	0.105078	0.8222	0.140461	0.075647	0.075754	0.140577	0.26844	14.68564	4.635447	3.135865	1.638704	0.721034
n1353005	1.126202	0.342851	1.154161	0.314103	0.36047	0.185985	0.290858	0.394201	18.1204	5.513165	3.719613	1.948537	0.858319
n1353009	0.920746	0.40351	0.851054	0.427069	0.42484	0.195282	0.350619	0.249211	16.81299	5.140441	3.479893	1.825105	0.798952
n1353001	0.776959	0.30131	0.897892	0.464817	0.325294	0.203928	0.386255	0.146993	17.62457	5.152918	3.492395	1.816077	0.80414
n1353002	0.881531	0.480408	0.350238	1.139786	0.45683	0.234612	0.334277	0.133027	15.18225	4.804434	3.231389	1.374098	0.850744
n1753000	0.588416	0.34638	0.676856	0.441617	0.159748	0.119985	0.185842	0.545264	11.96742	3.890311	2.624793	1.378607	0.604799
n1753005	0.687326	0.364452	0.864372	0.329976	0.252409	0.148816	0.242655	0.256365	14.82124	4.738493	3.190561	1.666636	0.739352
n1753009	0.683998	0.42346	0.720971	1.183114	0.292452	0.179973	0.37453	0.0574	14.66765	4.723271	3.173792	1.640738	0.742893
n1753001	0.741613	0.443371	0.760871	0.635249	0.417539	0.188995	0.359337	0.232633	20.55974	5.829017	3.943207	2.075992	0.904162
n1753002	0.748758	0.31263	0.9414047	1.707183	0.384428	0.183864	0.285374	0.1195	17.05777	5.467027	3.688981	1.913953	0.856723
n2351000	0.637336	0.043205	0.634843	0.035195	0.042572	0.15056	0.212532	0.373668	12.88507	4.18466	2.824791	1.467862	0.653972
n2351005	0.402141	0.106448	0.399986	0.090597	0.1266	0.222733	0.30704	0.234941	14.35994	4.519333	3.051626	1.593552	0.704259
n2351009	0.694992	0.157189	0.710952	0.152991	0.206361	0.22527	0.321937	0.446958	17.19112	5.024812	3.409461	1.778487	0.781486
n2351001	0.532626	0.177417	0.53691	0.163762	0.163262	0.280383	0.395591	0.131856	16.67099	5.02113	3.392218	1.783135	0.780205
n2351002	0.924004	0.320253	0.93167	0.276859	0.380787	0.319149	0.41911	0.401688	15.2429	4.355081	2.954686	1.545224	0.67751
n2751000	0.262927	0.03307	0.255482	0.018494	0.044226	0.195606	0.307467	0.140595	11.12462	3.148225	2.139152	1.121854	0.488043
n2751005	0.307859	0.116762	0.304588	0.11072	0.133325	0.308447	0.495054	0.217932	13.56816	3.9167	2.659721	1.408398	0.604215
n2751009	0.360776	0.189777	0.362912	0.168548	0.224026	0.339266	0.534645	0.107589	12.76425	3.628525	2.459177	1.292536	0.563342
n2751001	0.448276	0.258136	0.455251	0.244738	0.307355	2.12121	0.410437	0.284679	15.30861	4.57379	3.087424	1.610383	0.715133
n2351750	0.724151	0.109482	0.730341	0.164861	0.083	0.115955	0.177312	0.365801	19.44229	5.898694	3.934954	2.020357	0.98786
n2351755	0.837114	0.20075	0.840047	0.229754	0.185924	0.171505	0.238066	0.177565	20.74545	6.269563	4.243878	2.229152	0.972911
n2351759	0.801795	0.150424	0.816086	0.179348	0.15788	0.149633	0.205589	0.287593	20.63685	5.563774	3.76425	1.974621	0.864904
n2351751	0.731221	0.150491	0.730107	0.177444	0.127743	0.185908	0.303862	0.292502	18.93757	5.89365	3.99953	2.09452	0.91506
n2351752	0.623096	0.189484	0.625875	0.219028	0.274023	0.232705	0.304709	0.357372	17.20129	5.390864	3.641656	1.91666	0.8378
n2751750	0.3968	0.117189	0.404253	0.168914	0.09845	0.128733	0.275489	0.276904	17.62315	5.003448	3.389683	1.774925	0.777283
n2751755	0.521521	0.152695	0.528035	0.149002	0.176904	0.164912	0.254099	0.149414	14.72023	4.331806	2.936423	1.538365	0.67275
n2751759	0.394263	0.226527	0.403722	0.204636	0.257682	0.198862	0.307068	0.594151	16.89539	5.270974	3.557443	1.864255	0.821269
n2751751	0.529114	0.198705	0.523029	0.180388	0.239109	0.205068	0.348723	0.338234	16.78391	5.204321	3.526374	1.857856	0.808056
n2751752	0.548458	0.275315	0.265585	0.782362	0.330275	0.224785	0.35654	0.115355	16.27787	4.743466	3.251339	1.688809	0.738615
n2353000	0.621172	0.065148	0.615404	0.090483	0.060099	0.067805	0.122831	0.154068	13.03515	4.206464	2.845415	1.48733	0.654377
n2353005	0.905354	0.098053	0.888355	0.100834	0.104524	0.092586	0.166938	0.105545	16.03861	5.085162	3.433481	1.79256	0.792331
n2353009	1.099691	0.334353	1.121169	0.410021	0.365081	0.127646	0.220993	0.071099	16.96926	4.796296	3.225113	1.370497	0.862285
n2353001	0.799744	0.298174	0.748139	0.292484	0.355743	0.153626	0.223801	0.088405	13.18011	3.851417	2.569988	1.848187	0.602292
n2353002	1.103311	0.437507	1.25606	0.789408	0.30489	0.227656	0.328769	0.06466	17.8805	5.384398	3.656306	1.919205	0.834776
n2753000	0.812769	0.427623	0.923124	0.346016	0.195413	0.088481	0.174546	0.127527	16.64748	5.156508	3.496359	1.833444	0.799753
n2753005	0.628283	0.372719	0.68681	0.260768	0.216164	0.137102	0.233887	0.033305	16.7447	5.025039	3.398282	1.777499	0.78156
n2753009	0.909656	0.475137	0.905179	0.414278	0.411702	0.169639	0.348499	0.017818	17.79898	5.33368	3.608376	1.882593	0.830781
n2753001	0.782353	0.393795	0.841842	0.369086	0.461437	0.189767	0.410482	0.028776	18.83214	5.400398	3.660762	1.916014	0.83882
n2753002	0.763092	0.34966	0.693081	0.549567	0.337702	0.224302	0.392786	0.035602	16.51665	5.49214	3.730945	1.951793	0.853385
s1351005	0.779718	0.104296	0.766186	0.110873	0.124167	0.125908	0.17474	0.588275	17.37703	5.707427	3.881066	2.028572	0.885509
s1351009	0.75704	0.118851	0.767162	0.099827	0.113884	0.149149	0.214473	0.337254	22.53156	6.809903	4.616304	2.422567	1.055935

s1351001	0.795276	0.10094	0.753565	0.132417	0.13061	0.149527	0.240939	0.276655	33.09066	9.982987	6.813128	3.611146	1.533187
s1351002	0.998351	0.120289	1.060623	0.162244	0.156911	0.157543	0.244074	0.225948	35.33892	10.72956	7.317691	3.871316	1.650296
s1751005	0.283234	0.129209	0.270519	0.12475	0.141336	0.335241	0.614161	0.256314	11.05892	3.30067	2.256268	1.190862	0.508253
s1751009	0.50049	0.178443	0.536092	0.157973	0.199949	0.382765	0.554091	0.249553	12.55258	3.857753	2.613378	1.376726	0.597497
s1751001	0.565221	0.218281	0.517516	0.188047	0.237385	0.406855	0.597751	0.194394	23.68994	6.922573	4.727567	2.504129	1.063725
s1751002	0.82291	0.298157	0.835886	0.466723	0.428577	0.44883	0.670192	0.129024	21.64858	6.085185	4.168158	2.222881	0.930982
s1351755	0.969268	0.134098	0.991099	0.168127	0.104343	0.103624	0.181804	0.191892	23.8706	7.210898	5.283858	2.585407	1.113281
s1351759	1.175842	0.162194	1.151766	0.234006	0.154147	0.115994	0.173017	0.236852	30.5372	9.196369	6.275467	3.324535	1.41317
s1351751	0.911448	0.12151	0.9391	0.209475	0.10342	0.111762	0.183413	0.341252	27.92023	7.23882	4.92803	2.592765	1.118487
s1351752	0.915036	0.126051	0.934792	0.333584	0.124187	0.112009	0.184332	0.292412	27.29057	7.30537	4.962163	2.6092	1.130224
s1751755	0.678434	0.172791	0.685187	0.222762	0.118817	0.190652	0.300741	0.784806	24.06153	10.06767	4.896916	2.569049	2.015636
s1751759	0.766781	0.212765	0.791519	0.309027	0.159673	0.202832	0.328799	0.805616	28.79485	8.373793	5.679017	2.988996	1.303874
s1751751	1.036165	0.210832	0.967098	0.24508	0.251146	0.204286	0.371967	0.677608	38.18315	11.55792	7.815424	4.118968	1.799782
s1751752	1.131856	0.210303	0.726276	1.300273	0.213023	0.23676	0.378531	0.188751	45.21642	12.68509	8.632304	4.563669	1.955861
s1353005	1.219297	0.106473	1.168382	0.144313	0.093314	0.074117	0.112316	0.304194	22.6128	7.171216	4.256036	2.570643	1.107145
s1353009	1.194891	0.138572	1.235179	0.246089	0.138448	0.078236	0.140749	0.043988	26.45389	7.7954	6.332496	2.773267	1.208605
s1353001	1.284674	0.125156	1.274142	0.268928	0.113711	0.088286	0.130787	0.265625	25.36498	7.382435	6.010467	2.598941	1.151665
s1353002	1.569772	0.1898	1.466003	0.315362	0.186528	0.103272	0.163233	0.329288	33.04629	9.870482	7.449585	3.476289	1.538637
s1753005	1.130953	0.81934	1.425809	0.917817	0.373611	0.103979	0.1775	0.286905	19.05487	6.035275	4.0986	2.167983	0.930847
s1753009	1.26005	0.781677	1.236295	0.336094	0.383398	0.103538	0.188514	0.128375	30.65854	9.555996	6.477682	3.423268	1.475679
s1753001	1.270102	0.802426	8.744049	1.157415	0.415205	0.111168	0.2411	0.314791	32.82534	9.955671	6.767115	3.578302	1.534763
s1753002	1.103955	0.579926	1.142051	0.836119	0.366078	0.111949	0.206687	0.316549	29.79484	8.864299	6.032052	3.192924	1.365342
s2351005	0.769733	0.110724	0.777359	0.118996	0.148971	0.103595	0.145557	0.100298	20.34087	6.176683	4.204862	2.227904	0.950359
s2351009	0.479082	0.099723	0.476002	0.097004	0.074852	0.132488	0.19579	0.140505	21.74972	6.242847	4.251809	2.250307	0.960906
s2351001	0.393371	0.07406	0.385673	0.078122	0.068888	0.200139	0.266247	0.179402	19.68016	5.773585	3.936048	2.087459	0.887295
s2351002	0.616193	0.090345	0.60651	0.101953	0.103582	0.161675	0.213383	0.317145	20.86586	5.536289	3.773885	1.996872	0.851939
s2751005	0.361336	0.088288	0.352806	0.072912	0.090829	0.266286	0.346015	0.311111	13.24019	3.813889	2.604604	1.391499	0.583347
s2751009	0.55951	0.18289	0.559294	0.168747	0.168749	0.294975	0.385528	0.070435	15.69526	4.631451	3.145469	1.690057	0.708089
s2751001	0.429691	0.135823	0.425362	0.121814	0.136092	0.289398	0.405323	0.19186	17.09128	5.125498	3.496065	1.878567	0.78152
s2751002	0.475119	0.156345	0.476465	0.147359	0.174334	0.268306	0.423915	0.210666	15.3772	4.804224	2.473678	1.752165	0.735304
s2351755	0.691776	0.111005	0.692303	0.125919	0.083562	0.093713	0.133328	0.19572	16.4518	5.533886	3.772184	1.983013	0.854787
s2351759	0.719854	0.110367	0.720343	0.140164	0.099828	0.104606	0.172311	0.217787	18.90432	5.863644	3.998305	2.105697	0.904579
s2351751	0.738581	0.123257	0.7304	0.154296	0.129729	0.101605	0.18001	0.178493	22.44659	6.228982	4.243675	2.239933	0.960378
s2351752	0.907526	0.128625	0.946837	0.152797	0.101691	0.105856	0.190649	0.423109	23.40559	7.070213	4.835786	2.56861	1.083746
s2751755	0.620293	0.222156	0.627922	0.270348	0.17153	0.1878	0.296803	0.23435	19.81023	5.468505	3.724172	1.979963	0.839654
s2751759	0.582256	0.237537	0.611995	0.298642	0.18184	0.231317	0.34962	0.237743	20.89643	6.142278	4.186481	2.228232	0.942135
s2751751	0.635905	0.167439	0.63843	0.185798	0.148348	0.188372	0.268087	0.412218	23.04086	7.049486	4.799765	2.561009	1.080054
s2751752	1.00022	0.24373	1.038517	0.227909	0.34288	0.171334	0.27217	0.195564	21.83732	6.741726	4.613862	2.460187	1.030784
s2353005	1.094879	0.11008	1.065409	0.12963	0.094762	0.081895	0.120075	0.069849	24.05085	7.134295	4.880796	2.580429	1.096139
s2353009	1.233233	0.131306	1.257747	0.174114	0.104775	0.079773	0.153207	0.088378	25.56615	8.195063	5.615912	2.982613	1.254991
s2353001	1.341531	0.137263	1.325573	0.196944	0.106301	0.077092	0.121882	0.08804	22.69326	7.019177	4.808403	2.555933	1.074721
s2353002	1.577341	0.232828	1.644898	0.361058	0.169966	0.094889	0.166031	0.147532	28.00294	8.543121	5.871572	3.121246	1.305055
s2753005	1.229725	0.640916	1.261641	0.251339	0.333759	0.127968	0.226648	0.142707	23.36124	6.546681	4.473549	2.365283	1.006476
s2753009	0.959272	0.452002	1.064986	0.295934	0.246623	0.130227	0.222618	0.148831	23.52497	7.483198	5.089487	2.685172	1.15481
s2753001	1.370441	0.764251	1.329806	0.448329	0.479851	0.175424	0.259658	0.099439	38.92462	12.17432	8.311597	4.417409	1.866284
s2753002	0.953352	0.482981	1.175075	0.462437	0.310664	0.172731	0.278245	0.184359	35.55496	9.88312	6.754216	3.592518	1.513877
h1351005	0.665616	0.095955	0.675832	0.100452	0.100516	0.160116	0.234395	0.420188	22.69339	6.951175	4.721644	2.471735	1.077903
h1351755	0.891259	0.109614	0.897505	0.149709	0.091125	0.124078	0.173903	0.623154	18.61817	5.524487	4.182658	1.970662	0.855437
h1751001	0.728873	0.222195	0.69459	0.267164	0.272319	0.377331	0.507675	0.310503	17.80297	4.444222	3.025962	1.589386	0.687791
h1751752	3.997828	0.461357	12.50216	3.570289	0.219669	12.59876	0.451483	0.555967	15.66499	4.84551	3.303205	1.679025	0.765779
h1753005	0.713747	0.32943	0.253365	0.646766	0.198605	0.102938	0.171408	0.483724	16.4083	4.789722	3.255951	1.712427	0.741354
h2351751	1.106833	0.147823	1.102374	0.191442	0.14029	0.120134	0.1641	0.320451	24.52721	7.309198	4.979399	2.643771	1.123144
h2353001	0.918755	0.197068	0.905301	0.262378	0.151783	0.105494	0.151986	0.178558	18.59049	5.567376	3.787863	2.00209	0.858775
h2751009	0.411415	0.115307	0.417211	0.107758	0.110986	0.299355	0.391432	0.742865	14.19939	4.110291	2.807355	1.496918	0.629448
h2751755	0.84789	0.165324	0.853484	0.216375	0.133445	0.177694	0.31174	0.517217	28.41858	8.522643	5.800576	3.081635	1.309308
h2753002	0.857292	0.390554	1.024745	0.45147	0.257573	0.13208	0.223219	0.052385	26.56664	7.944316	5.414866	2.868831	1.22218

# **Annexe D**

(Principaux résultats préliminaires compilés)

Tableau D.1 : Tableau descriptif du contenu des graphiques de la section 5.

Variable unités	Code de l'échantillon	Type de CaCO <sub>3</sub>	Débit kg/h	No de profil de temp. C	Vitesse de rotation des vis rpm
Cas de base	N135175x	Non-traité	3.5	1	175
Augmentation du débit	N175175x	Non-traité	7.5	1	175
Dim. de la vitesse de la vis	N135100x	Non-traité	3.5	1	100
Aug. de la vitesse de la vis	N135300x	Non-traité	3.5	1	300
CaCO <sub>3</sub> traité	S135175x	Traité	3.5	1	175
Changement de profil de température	N235175x	Non-traité	3.5	2	175

Tableaux D.2 : Effet de la variation des conditions d'opération sur les variables mesurées en ligne et en laboratoire (moyennes sur l'ensemble des résultats à conditions équivalentes)

Tableau D.2a : Effet de la variation de la concentration de carbonate de calcium.

Fraction de CaCO <sub>3</sub> /100 %	TYPE S=1; N=0	Profil de température			DEBIT PP kg/h	Vitesse de rotation des vis rpm	VUS 2/1 m/s	AUS 2/1 dB/cm	Couple Ampères	T fondu C	P fondu Psi	P1 Psi	P2 Psi	P3 Psi	Pus Psi	Stress kPa	Pyrolyse /100 %	ID
		Pente	Te C	Ts C														
0	0.0	2	193	212	5.4	201	907	4.34	15.3	217	864	286	191	102	377	44	0.12	N.D.
5	0.6	2	193	212	5.4	201	894	7.67	17.1	217	930	299	208	111	392	45	4.99	0.83
10	0.6	2	193	212	5.4	201	885	10.61	17.7	218	973	312	217	115	410	47	9.72	0.84
15	0.6	2	193	212	5.4	201	877	13.41	18.3	218	1018	326	226	119	429	50	14.72	0.83
20	0.6	2	193	212	5.4	201	869	16.11	19.0	219	1070	342	237	124	451	52	19.28	0.82

Tableau D.2b : Changement du type de carbonate de calcium. Passage de traité à non-traité pour différents cas de concentration de carbonate de calcium

Fraction de CaCO <sub>3</sub> /100 %	TYPE S=1; N=0	Profil de température			DEBIT PP kg/h	Vitesse de rotation des vis rpm	VUS 2/1 m/s	AUS 2/1 dB/cm	Couple Ampères	T fondu C	P fondu Psi	P1 Psi	P2 Psi	P3 Psi	Pus Psi	Stress kPa	Pyrolyse /100 %	ID
		Pente	Te C	Ts C														
0	0.0	3	193	213	5.5	192	908	4.25	15.7	218	882	291	195	104	384	45	0.11	N.D.
0	0.0	3	193	213	5.5	192	908	4.25	15.7	218	882	291	195	104	384	45	0.11	N.D.
5	0.0	3	193	213	5.5	192	898	8.12	17.4	219	972	318	213	113	421	49	4.96	0.81
5	1.0	3	193	213	5.5	192	894	7.17	17.6	217	925	290	209	111	380	43	4.99	0.84
10	0.0	3	193	213	5.5	192	888	11.82	18.6	218	1022	335	224	118	443	52	9.79	0.81
10	1.0	3	193	213	5.5	192	885	9.61	17.9	218	961	300	216	115	393	45	9.69	0.85
15	0.0	3	193	213	5.5	192	880	15.19	19.6	219	1077	352	236	124	467	55	14.85	0.80
15	1.0	3	193	213	5.5	192	877	12.15	18.3	218	1000	313	224	118	410	47	14.61	0.84
20	0.0	3	193	213	5.1	210	867	18.26	19.1	220	1093	359	239	125	475	56	19.28	0.79
20	1.0	3	193	213	5.1	210	863	14.09	17.7	219	985	311	222	117	408	47	19.29	0.84

Tableau D.2c : Changement de profil de température pour différents cas de concentration de carbonate de calcium

Fraction de CaCO <sub>3</sub> /100 %	TYPE S=1; N=0	Profil de température			DEBIT PP kg/h	Vitesse de rotation des vis rpm	VUS 2/1 m/s	AUS 2/1 dB/cm	Couple Ampères	T fondu C	P fondu Psi	P1 Psi	P2 Psi	P3 Psi	Pus Psi	Stress kPa	Pyrolyse /100 %	ID
		Pente	Te C	Ts C														
0	0.0	0	200	200	5.5	192	929	4.21	15.9	206	966	319	215	113	422	50	0.12	N.D.
0	0.0	5	185	225	5.5	192	887	4.28	15.5	230	799	262	174	94	346	40	0.10	N.D.
5	0.5	0	200	200	5.5	192	916	7.31	17.6	205	1021	330	228	120	435	51	4.97	0.84
5	0.5	5	185	225	5.5	192	875	7.98	17.4	231	876	278	193	104	365	42	4.98	0.82
10	0.5	0	200	200	5.5	192	907	9.91	18.3	206	1059	342	236	124	451	52	9.71	0.85
10	0.5	5	185	225	5.5	192	867	11.52	18.2	231	925	293	204	109	385	44	9.77	0.80
15	0.5	0	200	200	5.5	192	898	12.64	19.1	206	1109	358	247	129	472	55	14.78	0.83
15	0.5	5	185	225	5.5	192	859	14.70	18.8	231	968	307	212	113	405	47	14.68	0.80
20	0.5	0	200	200	5.3	200	887	15.21	19.1	207	1131	365	252	132	482	56	19.29	0.83
20	0.5	5	185	225	5.3	200	849	17.16	18.7	232	995	315	218	115	416	48	19.30	0.81

Tableau D.2d : Changement du débit d'alimentation du polypropylène (avec ajustement de la proportion de CaCO3 relative) pour différents cas de concentration de carbonate de calcium

Fraction de CaCO3 /100 %	TYPE S=1; N=0	Profil de température			DEBIT PP kg/h	Vitesse de rotation des vis rpm	VUS 2/1 m/s	AUS 2/1 dB/cm	Couple Ampères	T fondu C	P fondu Psi	P1 Psi	P2 Psi	P3 Psi	Pus Psi	Stress kPa	Pyrolyse /100 %	ID
		Pente	Te C	Ts C														
0	0.0	3	193	213	3.5	192	908	4.18	12.9	218	724	243	163	87	321	38	0.13	N.D.
0	0.0	3	193	213	7.5	192	908	4.31	18.5	218	1041	338	226	120	447	52	0.09	N.D.
5	0.5	3	193	213	3.5	192	896	7.12	14.4	218	799	261	182	96	343	40	5.00	0.85
5	0.5	3	193	213	7.5	192	896	8.16	20.6	218	1098	348	240	128	458	53	4.96	0.81
10	0.5	3	193	213	3.5	192	886	9.87	15.1	218	834	272	189	100	358	41	9.70	0.86
10	0.5	3	193	213	7.5	192	888	11.56	21.4	219	1149	363	251	133	478	55	9.78	0.80
15	0.5	3	193	213	3.5	192	877	12.67	15.7	218	874	284	198	104	375	43	14.80	0.85
15	0.5	3	193	213	7.5	192	880	14.67	22.2	219	1203	381	262	138	502	58	14.66	0.78
20	0.6	3	193	213	3.5	210	863	14.98	15.9	219	898	291	203	106	383	44	19.43	0.84
20	0.6	3	193	213	7.5	210	866	17.35	22.0	220	1228	389	268	141	513	60	19.19	0.80

Tableau D.2e : Changement de la vitesse de rotation des vis pour différents cas de concentration de carbonate de calcium

Fraction de CaCO3 /100 %	TYPE S=1; N=0	Profil de température			DEBIT PP kg/h	Vitesse de rotation des vis rpm	VUS 2/1 m/s	AUS 2/1 dB/cm	Couple Ampères	T fondu C	P fondu Psi	P1 Psi	P2 Psi	P3 Psi	Pus Psi	Stress kPa	Pyrolyse /100 %	ID
		Pente	Te C	Ts C														
0	0.0	3	193	213	5.5	100	928	3.56	17.7	218	1013	327	219	116	432	51	0.13	N.D.
0	0.0	3	193	213	5.5	175	910	3.86	15.6	218	923	304	204	108	402	47	0.13	N.D.
0	0.0	3	193	213	5.5	300	885	5.33	13.8	218	711	241	161	87	368	37	0.08	N.D.
5	0.5	3	193	213	5.5	100	920	6.44	18.9	217	1041	328	227	121	431	50	4.95	0.81
5	0.5	3	193	213	5.5	175	899	7.25	17.4	218	967	308	214	114	406	47	5.00	0.84
5	0.5	3	193	213	5.5	300	868	9.23	16.1	219	837	277	192	102	364	42	4.98	0.83
10	0.5	3	193	213	5.5	100	912	9.79	19.8	217	1079	340	235	125	447	52	9.77	0.81
10	0.5	3	193	213	5.5	175	889	10.08	18.3	218	1000	318	221	117	418	48	9.86	0.83
10	0.5	3	193	213	5.5	300	859	12.28	16.7	219	896	295	204	108	389	45	9.59	0.85
15	0.5	3	193	213	5.5	100	904	13.34	20.8	218	1127	355	245	129	467	54	14.70	0.81
15	0.5	3	193	213	5.5	175	881	12.84	19.0	218	1051	335	232	122	442	51	14.87	0.81
15	0.5	3	193	213	5.5	300	850	14.82	17.1	220	938	308	212	112	406	47	14.62	0.84
20	0.7	3	193	213	4.8	100	896	15.20	19.6	218	1100	344	240	127	453	52	19.35	0.82
20	0.7	3	193	213	4.8	175	873	14.64	18.4	219	1032	328	228	120	432	50	19.29	0.82
20	0.7	3	193	213	4.8	300	840	16.56	16.7	220	922	302	210	111	398	46	19.27	0.85

Tableau D.3 : Mesures moyennes obtenues en fonction de classes d'indice de dispersion

Classes d'indices de dispersion	Fraction de CaCO3 /100 %	TYPE S=1; N=0	Profil de température			DEBIT PP kg/h	Vitesse de rotation des vis rpm	VUS 2/1 m/s	AUS 2/1 dB/cm	Couple Ampères	T fondu C	P fondu Psi	P1 Psi	P2 Psi	P3 Psi	Pus Psi	Stress kPa	Pyrolyse /100 %	ID	nbre éch.
			Pente	Te C	Ts C															
0,65-0,7	13	0.0	5	185	225	7.5	100	890	14.79	25.5	231	1229	390	259	137	517	61	12.05	0.70	2
0,7-0,75	14	0.5	5	185	225	7.5	219	856	15.41	20.8	232	1105	344	237	127	452	52	13.53	0.72	4
0,75-0,8	13	0.3	3	190	216	6.9	173	882	13.37	21.3	222	1150	364	248	131	480	56	13.03	0.78	25
0,8-0,85	13	0.4	2	193	211	5.5	192	885	12.09	18.2	217	1026	330	227	120	434	50	12.24	0.83	32
0,85-0,9	11	0.7	2	194	210	4.3	210	883	10.14	15.9	215	892	287	202	107	376	43	10.88	0.87	39
0,9-0,95	10	0.8	3	193	213	5.5	200	882	8.99	18.9	217	976	300	213	111	394	45	9.72	0.90	2

# Annexe E

(Résultats des régressions linéaires)



Tableau E.1 : Données de régression calculées à partir de la totalité des valeurs brutes

y	x1...xn	r	r2	F	ddl
fraction réelle	Vus (2/1)	0.405	0.164	25.2	128
fraction réelle	Aus (2/1)	0.901	0.812	552	128
fraction réelle	Couple	0.320	0.102	14.6	128
fraction réelle	T fondu	0.00732	0.000054	0.00686	128
fraction réelle	P fondu	0.335	0.112	16.2	128
fraction réelle	P1	0.315	0.099	14.1	128
fraction réelle	P2	0.362	0.131	19.3	128
fraction réelle	P3	0.339	0.115	16.7	128
fraction réelle	Stress	0.297	0.088	12.4	128
fraction réelle	fraction théorique	0.999	0.999	117619	128
fraction réelle	Type	0.314	0.099	14.0	128
fraction réelle	Débit	0.007	0.000	0.00714	128
fraction réelle	Débit total	0.215	0.046	6.18	128
fraction réelle	Ts	0.034	0.001	0.145	128
fraction réelle	Vvis réelle	0.027	0.001	0.094	128
ID	fraction CaCO3	0.128	0.016	1.71	102
ID	Type	0.363	0.131	15.4	102
ID	Débit	0.532	0.283	40.3	102
ID	Ts	0.277	0.077	8.49	102
ID	Vvis	0.170	0.029	3.02	102
ID	Vus (2/1)	0.052	0.003	0.275	102
ID	Aus (2/1)	0.375	0.141	16.7	102
ID	Couple	0.609	0.371	60.3	102
ID	T fondu	0.306	0.094	10.6	102
ID	P fondu	0.503	0.253	34.5	102
ID	P1	0.494	0.244	33.0	102
ID	P2	0.445	0.198	25.2	102
ID	P3	0.467	0.218	28.4	102
ID	Stress	0.499	0.249	33.9	102
ID	Pyrolyse	0.129	0.017	1.73	102

Tableau E.2 : Données de régression calculées à partir des classes de données pour la pyrolyse (réf. tableau D.2e)

y	x1...xn	r	r2	F	ddl
fraction réelle	ID	0.879	0.772	6.77	2
fraction réelle	Vus (2/1)	0.996	0.992	389	3
fraction réelle	Aus (2/1)	0.999	0.999	2064	3
fraction réelle	Couple	0.970	0.940	47.3	3
fraction réelle	T fondu	0.927	0.859	18.3	3
fraction réelle	P fondu	0.997	0.994	495	3
fraction réelle	P1	0.998	0.997	881	3
fraction réelle	P2	0.992	0.984	190	3
fraction réelle	P3	0.988	0.976	123	3
fraction réelle	Stress	0.986	0.973	107	3
fraction réelle	Pyrolyse	1.000	1.000	18486	3

Tableau E.3 : Données de régression calculées à partir des classes de données pour l'indice de dispersion (réf. tableau D.3)

y	x1...xn	r	r2	F	ddl
ID	fraction théorique	0.806	0.650	7.41	4
ID	Type	0.825	0.680	8.50	4
ID	Débit	0.891	0.793	15.4	4
ID	Ts	0.911	0.830	19.6	4
ID	Vvis	0.565	0.319	1.87	4
ID	Vus (2/1)	0.271	0.073	0.317	4
ID	Aus (2/1)	0.975	0.951	77.5	4
ID	Couple	0.827	0.683	8.63	4
ID	T fondu	0.943	0.889	32.1	4
ID	P fondu	0.880	0.774	13.7	4
ID	P1	0.887	0.786	14.7	4
ID	P2	0.878	0.771	13.4	4
ID	P3	0.908	0.825	18.8	4
ID	Stress	0.873	0.763	12.9	4
ID	Pyrolyse	0.783	0.612	6.32	4

# Annexe F

(Fichiers d'entraînement et de validation  
pour les réseaux de neurones)

Tableau F.1 : Patrons d'entraînement pour la pyrolyse seule à la sortie.

	VARIABLES MANIPULÉES							VARIABLES MESURÉES							VARIABLE CIBLE	
	Fraction massique demandée	Type de CaCO	Ts	ébit P	Vvis demandé	Vus (2/1)	Alt. (2/1)	Vvis mesuré	Couple	T fondu	P fondu	P1	P2	P3	Contrainte d cisaillement	fraction réelle de CaCO3
	%	ST = 1 NST = 0	Celsius	kg/h	rpm	m/s	dB/cm	rpm	A	Celsius	Psi	Psi	Psi	Psi	kPa	%
N1751750	0	0.0	225	7.5	175	890	3.81	181	18.4	231	966	313	208	112	48.5	0.08
N1751755	5	0.0	225	7.5	175	881	8.00	181	20.2	231	1053	340	226	120	52.7	4.67
N1751759	10	0.0	225	7.5	175	873	12.16	181	21.3	232	1114	359	239	127	55.9	10.04
N1751751	15	0.0	225	7.5	175	866	15.76	181	22.2	232	1173	380	252	133	59.5	14.94
N1751752	20	0.0	225	7.5	175	858	19.46	181	23.3	233	1253	403	266	139	63.5	19.06
N1353000	0	0.0	225	3.5	300	866	4.63	303	11.5	229	498	172	115	63	26.3	0.08
N1353005	5	0.0	225	3.5	300	851	8.73	303	13.3	231	661	224	150	81	34.4	4.93
N1353009	10	0.0	225	3.5	300	841	13.08	303	14.5	231	724	244	163	87	37.6	9.77
N1353001	15	0.0	225	3.5	300	833	17.09	303	15.0	232	772	259	173	92	40.2	14.81
N1353002	20	0.0	225	3.5	300	825	20.59	303	15.6	232	847	282	187	99	43.9	19.29
N1753000	0	0.0	225	7.5	300	866	5.94	301	16.1	231	812	266	178	96	41.0	0.07
N1753005	5	0.0	225	7.5	300	854	10.82	301	17.4	232	961	310	207	111	47.9	4.92
N1753009	10	0.0	225	7.5	300	845	15.64	302	18.7	233	1033	335	223	119	51.9	9.74
N1753001	15	0.0	225	7.5	300	837	18.14	302	19.0	233	1083	348	232	123	54.3	14.64
N1753002	20	0.0	225	7.5	300	827	21.72	302	20.0	234	1155	371	246	129	58.1	19.81
N2351000	0	0.0	200	3.5	100	955	3.98	105	14.4	205	966	318	214	113	49.3	0.18
N2351005	5	0.0	200	3.5	100	946	6.35	105	15.7	205	996	327	221	116	50.8	5.03
N2351009	10	0.0	200	3.5	100	937	8.88	105	16.6	205	1033	339	229	120	52.8	9.77
N2351001	15	0.0	200	3.5	100	928	12.11	105	17.8	206	1085	356	240	125	55.5	14.71
N2351002	20	0.0	200	3.5	100	922	14.96	105	18.8	206	1140	374	252	131	58.5	19.07
N2751000	0	0.0	200	7.5	100	950	3.24	104	21.6	204	1271	404	272	143	62.8	0.08
N2751005	5	0.0	200	7.5	100	942	6.56	104	24.1	205	1318	418	282	148	65.0	4.89
N2751009	10	0.0	200	7.5	100	935	10.41	105	25.4	205	1372	435	293	153	67.7	9.85
N2751001	15	0.0	200	7.5	100	929	14.55	103	27.4	206	1445	457	308	161	71.3	14.80
N2753000	0	0.0	200	7.5	300	904	6.26	302	15.8	207	948	322	216	115	49.8	0.09
N2753005	5	0.0	200	7.5	300	891	10.87	302	17.6	208	1056	354	238	126	54.9	5.09
N2753009	10	0.0	200	7.5	300	882	13.98	302	18.8	209	1119	375	252	133	58.3	9.76
N2753001	15	0.0	200	7.5	300	872	16.24	303	19.5	210	1165	394	264	139	61.3	14.95
N2753002	20	0.0	200	7.5	300	863	18.90	303	20.3	212	1243	415	278	146	64.9	18.43
S1751005	5	1.0	225	7.5	100	897	6.59	106	22.3	230	1091	331	233	127	49.0	5.01
S1751009	10	1.0	225	7.5	100	891	10.83	106	23.2	230	1138	346	243	132	51.4	9.85
S1751001	15	1.0	225	7.5	100	884	14.89	106	23.9	230	1186	360	253	137	53.8	14.77
S1751002	20	1.0	225	7.5	100	877	18.05	107	24.6	231	1228	373	261	140	56.0	19.38
S1353005	5	1.0	225	3.5	300	845	6.98	301	14.6	231	609	196	147	77	28.6	5.08
S1353009	10	1.0	225	3.5	300	835	9.40	301	14.9	231	658	211	155	82	30.9	9.55
S1353001	15	1.0	225	3.5	300	826	12.07	301	15.4	232	688	219	161	84	32.3	14.56
S1353002	20	1.0	225	3.5	300	818	13.79	302	15.5	232	722	228	167	86	34.0	19.74
S1753005	5	1.0	225	7.5	300	849	11.00	304	19.4	232	891	291	206	113	42.8	4.90
S1753009	10	1.0	225	7.5	300	842	13.64	304	18.9	233	971	315	221	120	46.7	9.40
S1753001	15	1.0	225	7.5	300	833	15.77	305	18.5	233	1001	323	227	123	48.2	14.10
S1753002	20	1.0	225	7.5	300	827	17.12	305	18.6	233	1038	334	234	126	49.9	18.75
S2351005	5	1.0	200	3.5	100	943	5.51	106	15.4	203	929	289	209	110	42.9	4.68
S2351009	10	1.0	200	3.5	100	933	7.52	106	15.6	204	941	292	211	111	43.4	9.71
S2351001	15	1.0	200	3.5	100	922	10.30	106	15.8	204	972	301	217	115	44.9	14.93
S2351002	20	1.0	200	3.5	100	913	12.23	106	16.3	204	1005	311	224	118	46.5	19.83
S2751005	5	1.0	200	7.5	100	939	5.37	106	21.5	205	1255	384	273	144	57.8	4.98
S2751009	10	1.0	200	7.5	100	930	8.09	106	22.1	205	1280	391	278	146	58.9	9.79
S2751001	15	1.0	200	7.5	100	921	11.48	106	22.9	205	1326	406	288	151	61.2	14.59
S2751002	20	1.0	200	7.5	100	914	14.63	106	24.0	206	1382	422	298	157	63.8	19.31
S2351755	5	1.0	200	3.5	175	920	6.69	179	14.3	204	867	281	199	104	42.5	4.82
S2351759	10	1.0	200	3.5	175	911	8.53	179	14.7	205	894	288	205	107	43.7	9.73
S2351751	15	1.0	200	3.5	175	901	10.08	179	15.1	205	926	298	212	110	45.2	14.64
S2351752	20	1.0	200	3.5	175	892	12.07	179	15.8	205	963	309	219	114	47.0	19.30
H1351005	5	0.5	225	3.5	100	895	6.19	104	14.6	229	775	236	171	91	35.0	4.99
H1753005	5	0.5	225	7.5	300	851	9.53	303	17.5	230	939	291	208	110	43.5	4.99
H2751009	10	0.5	200	7.5	100	929	8.58	105	22.8	202	1294	389	271	141	59.7	9.89
H2753002	20	0.5	200	7.5	300	859	17.04	301	19.2	209	1235	384	267	138	59.1	19.79

Tableau F.2 : Patrons de validation pour la pyrolyse seule à la sortie.

Série	VARIABLES MANIPULÉES										VARIABLES MESURÉES					VARIABLE CIBLE	
	Fraction massique demandée	Type de CaCO3	Ts	Débit P	Vvis demandé	Vus (2/1)	Att. (2/1)	Vvis mesuré	Couple	T fondu	P fondu	P1	P2	P3	Contrainte de cisaillement	fraction réelle de CaCO3	
	%	ST = 1 NST = 0	Celsius	kg/h	rpm	m/s	dB/cm	rpm	A	Celsius	Psi	Psi	Psi	Psi	kPa	%	
N1351000	0	0.0	225	3.5	100	904	3.73	105	13.9	230	755	248	165	89	38.4	0.17	
N1351005	5	0.0	225	3.5	100	897	7.38	107	15.3	230	826	270	180	96	41.8	5.00	
N1351009	10	0.0	225	3.5	100	890	11.39	107	16.2	231	862	282	187	100	44.0	9.62	
N1351001	15	0.0	225	3.5	100	882	15.13	107	17.4	231	906	296	196	104	46.3	14.73	
N1351002	20	0.0	225	3.5	100	876	17.91	107	18.6	231	978	319	210	110	50.1	19.09	
N1751000	0	0.0	225	7.5	100	905	3.27	105	20.8	231	1061	337	224	120	52.3	0.07	
N1751005	5	0.0	225	7.5	100	899	7.63	105	23.1	231	1132	358	238	127	55.7	4.80	
N1751009	10	0.0	225	7.5	100	893	12.49	105	24.6	231	1195	379	252	133	59.1	9.68	
N1751001	15	0.0	225	7.5	100	887	17.10	102	26.5	231	1263	401	266	140	62.7	14.42	
N1351750	0	0.0	225	3.5	175	889	4.29	181	12.5	230	703	234	156	84	36.0	0.15	
N1351755	5	0.0	225	3.5	175	880	8.17	181	13.9	231	780	258	172	93	39.7	4.98	
N1351759	10	0.0	225	3.5	175	866	11.52	182	15.5	229	792	263	175	93	40.8	10.16	
N1351751	15	0.0	225	3.5	175	858	14.83	183	16.0	230	839	277	184	97	43.3	15.15	
N1351752	20	0.0	225	3.5	175	851	17.81	183	16.8	231	907	298	197	103	46.8	19.54	
N2351750	0	0.0	200	3.5	175	929	4.01	183	13.3	206	839	283	191	100	44.0	0.13	
N2351755	5	0.0	200	3.5	175	920	7.50	183	14.8	206	915	306	207	109	47.5	4.92	
N2351759	10	0.0	200	3.5	175	911	10.06	183	15.6	206	958	320	216	113	49.6	9.83	
N2351751	15	0.0	200	3.5	175	904	12.90	181	16.7	207	1018	341	230	120	53.2	15.24	
N2351752	20	0.0	200	3.5	175	897	15.26	181	17.6	207	1074	359	242	125	56.3	19.40	
N2751750	0	0.0	200	7.5	175	931	3.32	182	18.3	206	1185	385	258	137	59.7	0.16	
N2751755	5	0.0	200	7.5	175	922	7.17	182	20.2	206	1229	397	266	141	61.6	5.23	
N2751759	10	0.0	200	7.5	175	909	10.59	182	22.4	203	1257	405	274	143	63.2	9.89	
N2751751	15	0.0	200	7.5	175	901	13.95	182	23.3	205	1333	427	288	149	66.7	14.88	
N2751752	20	0.0	200	7.5	175	893	17.65	183	24.5	206	1408	450	303	156	70.6	19.66	
N2353000	0	0.0	200	3.5	300	903	4.47	305	11.7	206	585	204	137	73	31.4	0.09	
N2353005	5	0.0	200	3.5	300	887	8.20	306	13.2	206	738	257	172	92	39.6	5.10	
N2353009	10	0.0	200	3.5	300	878	11.66	301	14.0	205	805	279	187	99	43.2	9.34	
N2353001	15	0.0	200	3.5	300	868	14.43	302	14.6	206	843	290	194	102	45.2	14.94	
N2353002	20	0.0	200	3.5	300	860	18.29	302	15.5	209	920	316	211	111	49.3	19.49	
S1351005	5	1.0	225	3.5	100	899	6.16	106	14.0	229	780	243	180	97	35.0	5.21	
S1351009	10	1.0	225	3.5	100	889	8.69	106	14.4	229	808	251	185	100	36.3	9.90	
S1351001	15	1.0	225	3.5	100	880	11.20	106	14.7	229	833	258	190	103	37.5	14.68	
S1351002	20	1.0	225	3.5	100	871	13.44	106	15.4	229	866	268	197	105	39.2	19.40	
S1351755	5	1.0	225	3.5	175	876	6.90	182	14.7	230	725	226	166	87	33.5	5.34	
S1351759	10	1.0	225	3.5	175	867	8.84	182	15.1	230	753	234	172	89	34.9	9.62	
S1351751	15	1.0	225	3.5	175	859	10.98	182	15.5	231	779	243	178	92	36.3	14.66	
S1351752	20	1.0	225	3.5	175	851	13.12	182	16.3	231	818	254	185	95	38.1	19.11	
S1751755	5	1.0	225	7.5	175	877	7.37	181	20.3	229	1006	292	218	120	41.5	4.92	
S1751759	10	1.0	225	7.5	175	869	10.57	181	20.7	230	1048	298	226	124	41.9	9.91	
S1751751	15	1.0	225	7.5	175	862	13.47	182	21.2	230	1094	323	236	128	46.9	14.71	
S1751752	20	1.0	225	7.5	175	855	15.82	182	21.4	231	1130	340	242	131	50.3	19.08	
S2751755	5	1.0	200	7.5	175	918	6.24	181	20.8	206	1162	366	257	135	55.6	5.10	
S2751759	10	1.0	200	7.5	175	909	8.39	182	21.1	206	1185	373	262	137	56.7	9.67	
S2751751	15	1.0	200	7.5	175	900	10.77	180	21.7	207	1244	391	274	144	59.5	14.72	
S2751752	20	1.0	200	7.5	175	891	13.77	181	22.4	207	1300	407	285	149	62.2	19.32	
S2353005	5	1.0	200	3.5	300	883	6.89	303	13.6	205	758	252	181	95	37.8	4.86	
S2353009	10	1.0	200	3.5	300	874	8.85	303	13.9	205	784	260	186	97	39.1	9.34	
S2353001	15	1.0	200	3.5	300	864	10.96	303	14.4	206	832	274	195	102	41.4	14.56	
S2353002	20	1.0	200	3.5	300	855	13.20	303	14.7	206	857	282	201	104	42.7	19.24	
S2753005	5	1.0	200	7.5	300	883	10.34	301	19.9	205	1024	331	234	123	50.0	4.96	
S2753009	10	1.0	200	7.5	300	873	11.97	302	19.9	207	1077	346	244	129	52.2	9.82	
S2753001	15	1.0	200	7.5	300	865	13.88	302	20.4	208	1118	359	253	133	54.3	14.43	
S2753002	20	1.0	200	7.5	300	857	16.36	303	20.6	210	1148	374	263	138	56.8	19.09	
H1351755	5	0.5	225	3.5	175	876	6.80	179	13.6	229	730	226	163	87	33.3	5.04	
H1751001	15	0.5	225	7.5	100	879	12.94	105	23.0	230	1179	354	248	130	53.8	14.89	
H1751752	20	0.5	225	7.5	175	857	13.93	180	20.9	230	1199	365	256	133	55.7	19.37	
H2351751	15	0.5	200	3.5	175	901	10.84	181	14.5	205	955	298	209	107	45.7	14.45	
H2353001	15	0.5	200	3.5	300	864	11.97	302	13.8	207	875	279	197	102	42.6	14.85	
H2751755	5	0.5	200	7.5	175	919	6.31	181	20.2	205	1198	367	256	133	56.3	4.96	
N1352250	0	0.0	225	3.5	225	876	4.50	232	12.2	230	658	222	148	80	34.0	0.20	
N1352255	5	0.0	225	3.5	225	866	8.44	232	13.7	231	761	253	169	91	39.0	4.93	

Tableau F.3 : Patrons d'entraînement pour la dispersion seule ou un combinaison de la fraction réelle de charge et de la dispersion à la sortie

	VARIABLES MANIPULÉES								VARIABLES MESURÉES							VARIABLES CIBLES	
	Fraction massique demandée	Type de CaCO <sub>3</sub>	Ts	Débit P	Vvis demandé	Vus (2/1)	Att. (2/1)	Vvis mesuré	Couple	T fondu	P fondu	P1	P2	P3	Contrainte de cisaillement	fraction réelle de CaCO <sub>3</sub>	Indice de dispersion
	%	ST = 1 NST = 0	Celsius	kg/h	rpm	m/s	dB/cm	rpm	A	Celsius	Pa	Pa	Pa	Pa	kPa	%	
N1751755	5	0.0	225	7.5	175	861	8.00	181	20.2	231	1053	340	226	120	52.7	4.674	0.811
N1751759	10	0.0	225	7.5	175	873	12.16	181	21.3	232	1114	359	239	127	55.9	10.04	0.784
N1751751	15	0.0	225	7.5	175	866	15.76	181	22.2	232	1173	380	252	133	59.5	14.94	0.764
N1751752	20	0.0	225	7.5	175	858	19.46	181	23.3	233	1253	403	266	139	63.5	19.06	0.762
N1353005	5	0.0	225	3.5	300	851	8.73	303	13.3	231	661	224	150	81	34.4	4.932	0.850
N1353009	10	0.0	225	3.5	300	841	13.08	303	14.5	231	724	244	163	87	37.6	9.769	0.875
N1353001	15	0.0	225	3.5	300	833	17.09	303	15.0	232	772	259	173	92	40.2	14.81	0.834
N1353002	20	0.0	225	3.5	300	825	20.59	303	15.6	232	847	282	187	99	43.9	19.29	0.812
N1753005	5	0.0	225	7.5	300	854	10.82	301	17.4	232	961	310	207	111	47.9	4.924	0.761
N1753009	10	0.0	225	7.5	300	845	15.64	302	18.7	233	1033	335	223	119	51.9	9.74	0.709
N1753001	15	0.0	225	7.5	300	837	18.14	302	19.0	233	1083	348	232	123	54.3	14.64	0.799
N1753002	20	0.0	225	7.5	300	827	21.72	302	20.0	234	1155	371	246	129	58.1	19.81	0.750
N2351005	5	0.0	200	3.5	100	946	6.35	105	15.7	205	996	327	221	116	50.8	5.033	0.809
N2351009	10	0.0	200	3.5	100	937	8.88	105	16.6	205	1033	339	229	120	52.8	9.768	0.820
N2351001	15	0.0	200	3.5	100	928	12.11	105	17.8	206	1085	356	240	125	55.5	14.71	0.852
N2351002	20	0.0	200	3.5	100	922	14.96	105	18.8	206	1140	374	252	131	58.5	19.07	0.798
N2751005	5	0.0	200	7.5	100	942	6.56	104	24.1	205	1318	418	282	148	65.0	4.692	0.776
N2751009	10	0.0	200	7.5	100	935	10.41	105	25.4	205	1372	435	293	153	67.7	9.854	0.781
N2751001	15	0.0	200	7.5	100	929	14.55	103	27.4	206	1445	457	308	161	71.3	14.8	0.777
N2753005	5	0.0	200	7.5	300	891	10.87	302	17.6	208	1056	354	238	126	54.9	5.092	0.804
N2753009	10	0.0	200	7.5	300	882	13.98	302	18.8	209	1119	375	252	133	58.3	9.76	0.845
N2753001	15	0.0	200	7.5	300	872	16.24	303	19.5	210	1165	394	264	139	61.3	14.95	0.786
N2753002	20	0.0	200	7.5	300	863	18.90	303	20.3	212	1243	415	278	146	64.9	18.43	0.762
S1751005	5	1.0	225	7.5	100	897	6.59	106	22.3	230	1091	331	233	127	49.0	5.013	0.781
S1751009	10	1.0	225	7.5	100	891	10.83	106	23.2	230	1138	346	243	132	51.4	9.849	0.722
S1751001	15	1.0	225	7.5	100	884	14.89	106	23.9	230	1186	360	253	137	53.8	14.77	0.754
S1751002	20	1.0	225	7.5	100	877	18.05	107	24.6	231	1228	373	261	140	56.0	19.38	0.783
S1353005	5	1.0	225	3.5	300	845	6.98	301	14.6	231	609	196	147	77	28.6	5.08	0.868
S1353009	10	1.0	225	3.5	300	835	9.40	301	14.9	231	658	211	155	82	30.9	9.548	0.903
S1353001	15	1.0	225	3.5	300	826	12.07	301	15.4	232	688	219	161	84	32.3	14.56	0.878
S1353002	20	1.0	225	3.5	300	818	13.79	302	15.5	232	722	228	167	86	34.0	19.74	0.857
S1753005	5	1.0	225	7.5	300	849	11.00	304	19.4	232	891	291	206	113	42.8	4.902	0.874
S1753009	10	1.0	225	7.5	300	842	13.64	304	18.9	233	971	315	221	120	46.7	9.4	0.855
S1753001	15	1.0	225	7.5	300	833	15.77	305	18.5	233	1001	323	227	123	48.2	14.1	0.837
S1753002	20	1.0	225	7.5	300	827	17.12	305	18.6	233	1038	334	234	126	49.9	18.75	0.845
S2351005	5	1.0	200	3.5	100	943	5.51	106	15.4	203	929	289	209	110	42.9	4.684	0.883
S2351009	10	1.0	200	3.5	100	933	7.52	106	15.6	204	941	292	211	111	43.4	9.711	0.873
S2351001	15	1.0	200	3.5	100	922	10.30	106	15.8	204	972	301	217	115	44.9	14.93	0.865
S2351002	20	1.0	200	3.5	100	913	12.23	106	16.3	204	1005	311	224	118	46.5	19.83	0.837
S2751005	5	1.0	200	7.5	100	939	5.37	106	21.5	205	1255	384	273	144	57.8	4.979	0.812
S2751009	10	1.0	200	7.5	100	930	8.09	106	22.1	205	1280	391	278	146	58.9	9.792	0.855
S2751001	15	1.0	200	7.5	100	921	11.48	106	22.9	205	1326	406	288	151	61.2	14.59	0.812
S2751002	20	1.0	200	7.5	100	914	14.63	106	24.0	206	1382	422	288	157	63.8	19.31	0.837
S2351755	5	1.0	200	3.5	175	920	6.69	179	14.3	204	867	281	199	104	42.5	4.817	0.874
S2351759	10	1.0	200	3.5	175	911	8.53	179	14.7	205	894	288	205	107	43.7	9.733	0.891
S2351751	15	1.0	200	3.5	175	901	10.08	179	15.1	205	926	298	212	110	45.2	14.64	0.868
S2351752	20	1.0	200	3.5	175	892	12.07	179	15.8	205	963	309	219	114	47.0	19.3	0.853
H1351005	5	0.5	225	3.5	100	895	6.19	104	14.6	229	775	236	171	91	35.0	4.991	0.879
H1753005	5	0.5	225	7.5	300	851	9.53	303	17.5	230	939	291	208	110	43.5	4.987	0.780
H2751009	10	0.5	200	7.5	100	929	8.58	105	22.8	202	1294	389	271	141	59.7	9.886	0.901
H2753002	20	0.5	200	7.5	300	859	17.04	301	19.2	209	1235	384	267	138	59.1	19.79	0.826

Tableau F.4 : Patrons de validation pour la dispersion seule ou un combinaison de la fraction réelle de charge et de la dispersion à la sortie

	VARIABLES MANIPULÉES								VARIABLES MESURÉES							VARIABLES CIBLES	
	Fraction massique demandée	Type de CaCO <sub>3</sub>	T <sub>a</sub>	Débit P	Vvls demandé	Vus (2/1)	Att. (2/1)	Vvls mesuré	Coupla	T fondu	P fondu	P1	P2	P3	Contrainte de cisaillement	fraction réelle de CaCO <sub>3</sub>	Indice de dispersion
	%	ST = 1 NST = 0	Celsius	kg/h	rpm	m/s	dB/cm	rpm	A	Celsius	Psi	Psi	Psi	Psi	kPa	%	
N1351005	5	0.0	225	3.5	100	897	7.38	107	15.3	230	826	270	180	96	41.8	5.00	0.825
N1351009	10	0.0	225	3.5	100	890	11.39	107	16.2	231	862	282	187	100	44.0	9.62	0.827
N1351001	15	0.0	225	3.5	100	882	15.13	107	17.4	231	906	296	196	104	46.3	14.73	0.827
N1351002	20	0.0	225	3.5	100	876	17.91	107	18.6	231	978	319	210	110	50.1	19.09	0.794
N1751005	5	0.0	225	7.5	100	899	7.63	105	23.1	231	1132	358	238	127	55.7	4.80	0.780
N1751009	10	0.0	225	7.5	100	893	12.49	105	24.6	231	1195	379	252	133	59.1	9.68	0.700
N1751001	15	0.0	225	7.5	100	887	17.10	102	26.5	231	1263	401	266	140	62.7	14.42	0.691
N1351755	5	0.0	225	3.5	175	880	8.17	181	13.9	231	780	258	172	93	39.7	4.98	0.852
N1351751	15	0.0	225	3.5	175	858	14.83	183	16.0	230	839	277	184	97	43.3	15.15	0.819
N1351752	20	0.0	225	3.5	175	851	17.81	183	16.8	231	907	298	197	103	46.8	19.54	0.800
N2351755	5	0.0	200	3.5	175	920	7.50	183	14.8	206	915	306	207	109	47.5	4.92	0.863
N2351759	10	0.0	200	3.5	175	911	10.06	183	15.6	206	958	320	216	113	49.6	9.83	0.855
N2351751	15	0.0	200	3.5	175	904	12.90	181	16.7	207	1018	341	230	120	53.2	15.24	0.833
N2351752	20	0.0	200	3.5	175	897	15.26	181	17.6	207	1074	359	242	125	56.3	19.40	0.825
N2751755	5	0.0	200	7.5	175	922	7.17	182	20.2	206	1229	397	266	141	61.6	5.23	0.826
N2751759	10	0.0	200	7.5	175	909	10.59	182	22.4	203	1257	405	274	143	63.2	9.89	0.837
N2751751	15	0.0	200	7.5	175	901	13.95	182	23.3	205	1333	427	288	149	66.7	14.88	0.790
N2751752	20	0.0	200	7.5	175	893	17.65	183	24.5	206	1408	450	303	156	70.6	19.66	0.782
N2353005	5	0.0	200	3.5	300	887	8.20	306	13.2	206	738	257	172	92	39.6	5.10	0.818
N2353009	10	0.0	200	3.5	300	878	11.66	301	14.0	205	805	279	187	99	43.2	9.34	0.860
N2353001	15	0.0	200	3.5	300	868	14.43	302	14.6	206	843	290	194	102	45.2	14.94	0.863
N2353002	20	0.0	200	3.5	300	860	18.29	302	15.5	209	920	316	211	111	49.3	19.49	0.828
S1351005	5	1.0	225	3.5	100	899	6.16	106	14.0	229	780	243	180	97	35.0	5.21	0.848
S1351009	10	1.0	225	3.5	100	889	8.69	106	14.4	229	808	251	185	100	36.3	9.90	0.882
S1351001	15	1.0	225	3.5	100	880	11.20	106	14.7	229	833	258	190	103	37.5	14.68	0.872
S1351002	20	1.0	225	3.5	100	871	13.44	106	15.4	229	866	268	197	105	39.2	19.40	0.853
S1351755	5	1.0	225	3.5	175	876	6.90	182	14.7	230	725	226	166	87	33.5	5.34	0.864
S1351759	10	1.0	225	3.5	175	867	8.84	182	15.1	230	753	234	172	89	34.9	9.62	0.759
S1351751	15	1.0	225	3.5	175	859	10.98	182	15.5	231	779	243	178	92	36.3	14.66	0.867
S1351752	20	1.0	225	3.5	175	851	13.12	182	16.3	231	818	254	185	95	38.1	19.11	0.848
S1751755	5	1.0	225	7.5	175	877	7.37	181	20.3	229	1006	292	218	120	41.5	4.92	0.776
S1751759	10	1.0	225	7.5	175	869	10.57	181	20.7	230	1048	298	226	124	41.9	9.91	0.818
S1751751	15	1.0	225	7.5	175	862	13.47	182	21.2	230	1094	323	236	128	46.9	14.71	0.710
S1751752	20	1.0	225	7.5	175	855	15.82	182	21.4	231	1130	340	242	131	50.3	19.08	0.791
S2751755	5	1.0	200	7.5	175	918	6.24	181	20.8	206	1162	366	257	135	55.6	5.10	0.872
S2751759	10	1.0	200	7.5	175	909	8.39	182	21.1	206	1185	373	262	137	56.7	9.67	0.881
S2751751	15	1.0	200	7.5	175	900	10.77	180	21.7	207	1244	391	274	144	59.5	14.72	0.831
S2751752	20	1.0	200	7.5	175	891	13.77	181	22.4	207	1300	407	285	149	62.2	19.32	0.827
S2353005	5	1.0	200	3.5	300	883	6.89	303	13.6	205	758	252	181	95	37.8	4.86	0.860
S2353009	10	1.0	200	3.5	300	874	8.85	303	13.9	205	784	260	186	97	39.1	9.34	0.863
S2353001	15	1.0	200	3.5	300	864	10.96	303	14.4	206	832	274	195	102	41.4	14.56	0.870
S2353002	20	1.0	200	3.5	300	855	13.20	303	14.7	206	857	282	201	104	42.7	19.24	0.871
S2753005	5	1.0	200	7.5	300	883	10.34	301	19.9	205	1024	331	234	123	50.0	4.96	0.827
S2753009	10	1.0	200	7.5	300	873	11.97	302	19.9	207	1077	346	244	129	52.2	9.82	0.851
S2753001	15	1.0	200	7.5	300	865	13.88	302	20.4	208	1118	359	253	133	54.3	14.43	0.869
S2753002	20	1.0	200	7.5	300	857	16.36	303	20.6	210	1148	374	263	138	56.8	19.09	0.863
H1351755	5	0.5	225	3.5	175	876	6.80	179	13.6	229	730	226	163	87	33.3	5.04	0.874
H1751001	15	0.5	225	7.5	100	879	12.94	105	23.0	230	1179	354	248	130	53.8	14.89	0.821
H1751752	20	0.5	225	7.5	175	857	13.93	180	20.9	230	1199	365	256	133	55.7	19.37	0.775
H2351751	15	0.5	200	3.5	175	901	10.84	181	14.5	205	955	298	209	107	45.7	14.45	0.872
H2353001	15	0.5	200	3.5	300	864	11.97	302	13.8	207	875	279	197	102	42.6	14.85	0.873
H2751755	5	0.5	200	7.5	175	919	6.31	181	20.2	205	1198	367	256	133	56.3	4.96	0.793
N1352255	5	0.0	225	3.5	225	866	8.44	232	13.7	231	761	253	169	91	39.0	4.93	0.868

# **Annexe G**

(Recherche du nombre optimal de neurones cachés)



Tableau G.1 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 5 noeuds d'entrée (variables manipulables) et la pyrolyse en sortie.

	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMaxA	vMaxA	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SSReg_A
3	144	81	0.148	0.146	0.817	0.509	0.0443	22.6	1.002	4661
4	102	85	0.580	0.640	1.346	1.219	0.5148	1.83	0.942	4381
5	92	84	0.571	0.640	1.374	1.317	0.5135	1.81	0.930	4326
6	93	95	0.587	0.647	1.316	1.391	0.5213	1.79	0.935	4349
7	62	96	0.588	0.661	1.343	1.311	0.5434	1.70	0.925	4305
8	61	103	0.577	0.655	1.332	1.459	0.5425	1.73	0.937	4357
9	267	83	0.136	0.152	0.825	0.446	0.0415	24.2	1.005	4673
10	74	105	0.550	0.627	1.446	1.546	0.4988	1.88	0.938	4363

Tableau G.2 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 10 noeuds d'entrée (variables mesurables) et la pyrolyse en sortie.

	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMaxA	vMaxA	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SSReg_A
3	1931	85	0.347	0.812	1.025	3.099	0.6193	1.62552	1.007	4683
4	535	88	0.399	0.816	1.089	2.718	0.7390	1.37155	1.014	4715
5	586	83	0.289	0.896	0.858	3.221	0.7478	1.35908	1.016	4727
6	426	90	0.277	0.856	0.884	2.581	0.6690	1.54184	1.032	4798
7	136	87	0.639	0.851	1.868	2.069	0.8346	1.18	0.982	4568
8	465	92	0.241	0.702	0.843	2.431	0.4735	2.16564	1.025	4770
9	495	84	0.311	0.723	1.369	2.315	0.5402	1.86747	1.009	4693
10	327	97	0.334	0.763	1.171	2.430	0.5549	1.80918	1.004	4670

Tableau G.3 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 15 noeuds d'entrée (variables manipulables et mesurables) et la pyrolyse en sortie.

	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMaxA	vMaxA	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SSReg_A
3	409	103	0.111	0.246	0.763	0.992	0.0719	14.0645	1.011	4703
4	185	88	0.579	0.662	1.713	1.707	0.5667	1.64634	0.933	4340
5	306	103	0.112	0.300	0.584	0.988	0.0833	12.1	1.006	4682
6	639	104	0.085	0.312	0.499	0.860	0.0828	12.1665	1.008	4687
7	247	100	0.130	0.349	0.676	1.055	0.1050	9.60	1.007	4686
8	283	92	0.124	0.436	0.739	1.356	0.1750	5.79	1.014	4718
9	328	99	0.109	0.341	0.510	0.872	0.0961	10.5405	1.013	4712
10	651	93	0.120	0.267	0.708	0.928	0.0767	13.1152	1.006	4679

Tableau G.4 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 5 noeuds d'entrée (variables manipulables) et l'indice de dispersion en sortie.

	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMaxA	vMaxA	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SSReg_A
3	80	96	0.018	0.023	0.079	0.102	0.0008	1130	0.875	0.16
4	16	81	0.021	0.021	0.094	0.112	0.0009	914	0.789	0.15
5	21	87	0.020	0.022	0.079	0.100	0.0008	961	0.812	0.15
6	17	77	0.022	0.023	0.092	0.101	0.0009	902	0.801	0.15
7	17	78	0.021	0.021	0.085	0.109	0.0008	990	0.819	0.15
8	15	86	0.021	0.021	0.092	0.109	0.0009	929	0.788	0.15
9	26	89	0.021	0.021	0.073	0.111	0.0008	1042	0.836	0.16
10	16	95	0.021	0.022	0.088	0.100	0.0009	865	0.736	0.14

Tableau G.5 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 10 noeuds d'entrée (variables mesurables) et l'indice de dispersion en sortie.

	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMaxA	vMaxA	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SSReg_A
3	135	99	0.021	0.023	0.066	0.115	0.0009	936	0.860	0.16
4	11	75	0.025	0.023	0.086	0.089	0.0011	517	0.552	0.10
5	16	86	0.024	0.023	0.081	0.094	0.0009	808	0.736	0.14
6	12	73	0.025	0.025	0.082	0.093	0.0011	673	0.712	0.13
7	50	82	0.020	0.023	0.061	0.117	0.0009	999	0.863	0.16
8	94	79	0.018	0.025	0.048	0.120	0.0008	1174	0.975	0.18
9	78	88	0.020	0.023	0.070	0.098	0.0008	1041	0.859	0.16
10	79	76	0.020	0.024	0.067	0.107	0.0008	903	0.759	0.14

Tableau G.6 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 15 noeuds d'entrée (variables manipulables et mesurables) et l'indice de dispersion en sortie.

	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMaxA	vMaxA	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SSReg_A
3	62	96	0.018	0.021	0.071	0.119	0.0008	1062	0.815	0.15
4	25	88	0.021	0.023	0.093	0.109	0.0009	967	0.858	0.16
5	26	94	0.022	0.023	0.084	0.102	0.0009	930	0.815	0.15
6	24	82	0.021	0.025	0.067	0.126	0.0009	1055	0.926	0.17
7	20	95	0.021	0.022	0.085	0.102	0.0009	885	0.757	0.14
8	25	85	0.021	0.023	0.069	0.115	0.0008	922	0.759	0.14
9	124	96	0.017	0.025	0.062	0.115	0.0008	941	0.758	0.14
10	40	95	0.021	0.023	0.065	0.103	0.0009	884	0.765	0.14

Tableau G.7 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 5 noeuds d'entrée (variables manipulables) et la pyrolyse ainsi que l'indice de dispersion en sortie.

n	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMoyB	vMoyB	kMaxA	vMaxA	kMaxB	vMaxB	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SReg	Emoy2B	FisherB	RdeuxB	SSReg_B
3A	67	89	0.59	0.53	0.0197	0.0248	1.24	1.04	0.1059	0.1123	0.3708	2.76	1.023	2840	0.00096	938	0.899	0.169
3B	30	86	0.70	0.67	0.0212	0.0223	1.51	1.37	0.0979	0.1077	0.5715	1.75	1.001	2779	0.00088	898	0.795	0.149
4A	1193	90	0.58	0.52	0.0132	0.0280	1.18	1.06	0.0571	0.1320	0.3591	2.84	1.019	2829	0.00089	1246	1.104	0.207
4B	59	86	0.66	0.62	0.0204	0.0225	1.10	1.09	0.0985	0.1086	0.4757	2.08	0.990	2748	0.00089	880	0.787	0.148
5A	163	97	0.61	0.55	0.0154	0.0297	1.16	1.15	0.0617	0.1337	0.4152	2.43	1.008	2799	0.00105	910	0.954	0.179
5B	36	85	0.64	0.60	0.0222	0.0212	1.89	1.63	0.0949	0.1059	0.5132	2.01	1.029	2858	0.00088	875	0.767	0.144
6A	1821	97	0.28	0.38	0.0083	0.0436	0.92	1.53	0.0259	0.1741	0.1983	5.64	1.118	3105	0.00157	845	1.326	0.249
6B	51	96	0.68	0.62	0.0189	0.0225	1.72	1.74	0.0757	0.1082	0.6370	1.63	1.036	2877	0.00081	1069	0.869	0.163
7A	423	85	0.55	0.53	0.0090	0.0377	1.17	1.38	0.0447	0.1318	0.3703	2.81	1.040	2888	0.00139	858	1.188	0.223
7B	20	88	0.64	0.58	0.0213	0.0217	1.40	1.57	0.0974	0.1031	0.4866	2.06	1.000	2778	0.00087	822	0.718	0.135
8A	87	92	0.60	0.58	0.0156	0.0316	1.24	1.23	0.0670	0.1186	0.4166	2.42	1.006	2795	0.00112	864	0.966	0.181
8B	35	74	0.65	0.64	0.0208	0.0217	1.34	1.62	0.0826	0.1111	0.5188	1.94	1.009	2802	0.00080	1162	0.928	0.174
9A	160	82	0.53	0.49	0.0133	0.0495	1.45	1.50	0.0483	0.1728	0.3686	2.82	1.039	2886	0.00212	725	1.539	0.289
9B	26	73	0.60	0.54	0.0213	0.0214	1.20	1.22	0.0939	0.1051	0.4111	2.40	0.986	2740	0.00085	912	0.774	0.145
10A	1484	76	0.57	0.53	0.0079	0.0392	1.13	1.16	0.0448	0.1247	0.3588	2.84	1.018	2826	0.00132	850	1.125	0.211
10B	70	82	0.90	0.82	0.0246	0.0217	2.54	2.03	0.0921	0.1000	1.0122	0.97	0.987	2740	0.00097	766	0.746	0.140

Tableau G.8 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 10 noeuds d'entrée (variables mesurables) et la pyrolyse ainsi que l'indice de dispersion en sortie.

n	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMoyB	vMoyB	kMaxA	vMaxA	kMaxB	vMaxB	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SReg	Emoy2B	FisherB	RdeuxB	SSReg_B
3A	986	79	0.68	1.00	0.0126	0.0316	1.84	2.85	0.0430	0.1243	1.0941	0.94	1.029	2858	0.00096	1313	1.2584	0.236397
3B	204	84	0.69	1.09	0.0202	0.0240	1.86	3.23	0.0642	0.1066	1.3488	0.77	1.039	2886	0.0008	1065	0.894	0.168
4A	869	79	0.69	1.02	0.0125	0.0304	1.88	2.76	0.0443	0.1124	1.1269	0.91	1.030	2861	0.00098	1304	1.2738	0.23928
4B	282	92	0.64	1.02	0.0190	0.0243	2.08	3.06	0.0578	0.1144	1.2484	0.84	1.052	2921	0.0009	1040	0.898	0.169
5A	1221	83	0.63	0.93	0.0091	0.0425	1.76	3.27	0.0413	0.1278	1.0362	0.99	1.030	2861	0.00146	1032	1.505	0.282712
5B	48	88	1.48	1.90	0.0246	0.0209	4.55	6.90	0.0880	0.0922	4.9646	0.22	1.085	3015	0.0010	556	0.536	0.101
6A	857	80	0.63	0.96	0.0108	0.0367	1.50	2.58	0.0463	0.1532	1.0206	1.01	1.028	2855	0.00131	1030	1.3521	0.253983
6B	98	91	0.73	0.98	0.0214	0.0222	2.71	3.65	0.0709	0.1109	1.3418	0.79	1.057	2936	0.0009	915	0.783	0.147
7A	422	79	0.58	0.89	0.0116	0.0369	1.16	2.34	0.0418	0.1282	0.8287	1.25	1.037	2881	0.00122	1033	1.26	0.236684
7B	179	93	0.65	1.09	0.0184	0.0236	2.27	3.41	0.0682	0.1056	1.3160	0.83	1.092	3033	0.0008	1082	0.869	0.163
8A	1435	97	0.56	0.84	0.0070	0.0539	1.26	2.10	0.0299	0.1896	0.7209	1.43	1.031	2863	0.00226	707	1.5955	0.29972
8B	49	81	1.07	1.42	0.0242	0.0251	2.93	5.51	0.0711	0.0924	2.8747	0.34	0.988	2743	0.0010	744	0.734	0.138
9A	222	102	0.61	0.71	0.0163	0.0344	1.49	1.83	0.0492	0.1557	0.6569	1.55	1.020	2834	0.0013	920	1.193	0.224
9B	34	89	0.88	1.06	0.0238	0.0238	3.76	4.91	0.0778	0.0963	1.8503	0.59	1.093	3034	0.0010	563	0.542	0.102
10A	275	87	0.60	0.79	0.0169	0.0350	1.61	2.81	0.0597	0.1199	0.8407	1.23	1.037	2879	0.0012	969	1.153	0.217
10B	59	87	0.98	1.10	0.0236	0.0224	3.15	5.68	0.0741	0.0916	2.0099	0.49	0.991	2751	0.0010	602	0.574	0.108

Tableau G.9 : Deux meilleurs résultats obtenus pour différents nombre de noeuds cachés pour le modèle ayant 15 noeuds d'entrée (variables manipulables et mesurables) et la pyrolyse ainsi que l'indice de dispersion en sortie.

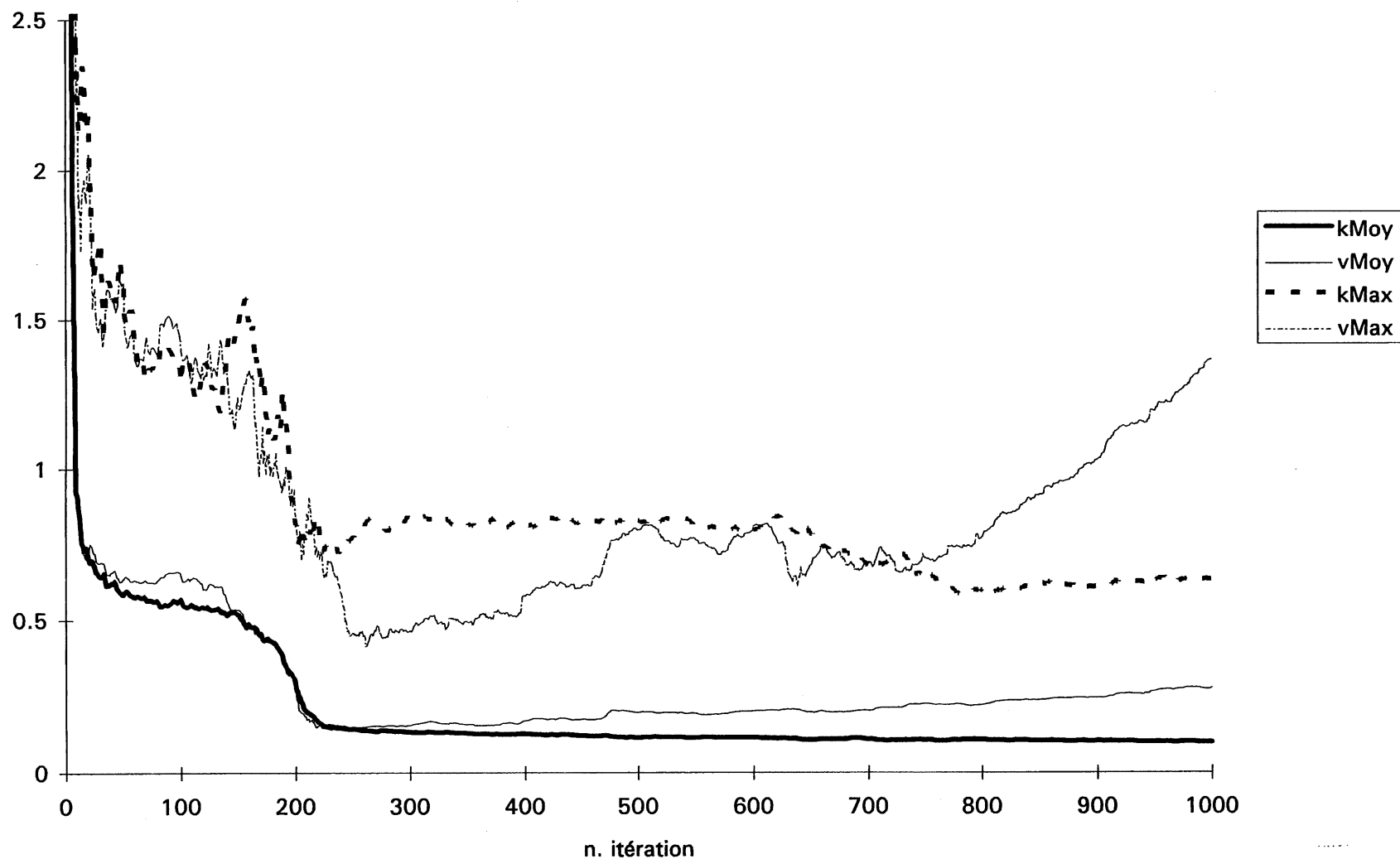
n	kk	Fq	kMoyA	vMoyA	kMoyB	vMoyB	kMaxA	vMaxA	kMaxB	vMaxB	Emoy2A	FisherA	RdeuxA	SReg	Emoy2B	FisherB	RdeuxB	SSReg_B
3A	179	88	0.65	0.62	0.0177	0.0282	1.59	1.49	0.0558	0.1259	0.5028	1.99	1.000	2777	0.0010	1069	1.033	0.194
3B	64	73	0.86	0.79	0.0215	0.0227	2.88	2.61	0.0815	0.1171	1.0387	0.88	0.916	2543	0.0009	940	0.834	0.157
4A	146	107	0.60	0.56	0.0178	0.0294	1.30	1.06	0.0953	0.1093	0.4124	2.46	1.014	2817	0.0011	964	1.056	0.198
4B	55	84	0.89	0.82	0.0207	0.0223	2.38	1.84	0.0964	0.1049	0.9553	1.02	0.978	2717	0.0009	741	0.683	0.128
5A	388	94	0.57	0.57	0.0211	0.0260	1.00	1.53	0.0648	0.1122	0.4028	2.55	1.028	2854	0.00093	916	0.85363	0.160353
5B	279	85	0.71	0.71	0.0249	0.0230	1.92	2.39	0.0833	0.1013	0.7768	1.24	0.961	2670	0.00101	718	0.72424	0.136047
6A	539	84	0.21	0.37	0.0054	0.0383	0.62	1.08	0.0211	0.1196	0.1439	7.91	1.138	3161	0.00125	973	1.2124	0.227753
6B	45	83	0.70	0.67	0.0206	0.0237	1.74	1.76	0.0834	0.1105	0.6837	1.41	0.965	2680	0.0009	862	0.764	0.144
7A	619	73	0.17	0.33	0.0080	0.0393	0.64	1.25	0.0304	0.1358	0.1132	9.78	1.107	3074	0.00143	911	1.3064	0.245413
7B	40	93	0.62	0.68	0.0195	0.0205	1.34	2.15	0.0900	0.1141	0.6088	1.72	1.049	2912	0.0008	1013	0.825	0.155
8A	656	101	0.13	0.25	0.0022	0.0416	0.56	0.72	0.0120	0.1375	0.0619	17.84	1.105	3068	0.00142	872	1.2409	0.233096
8B	13	77	0.69	0.58	0.0216	0.0220	1.69	1.38	0.0906	0.1050	0.5841	1.71	1.001	2780	0.0009	928	0.796	0.149
9A	749	95	0.12	0.29	0.0031	0.0516	0.64	1.13	0.0224	0.1511	0.0926	12.10	1.120	3110	0.00225	684	1.543	0.289855
9B	15	78	0.61	0.57	0.0216	0.0223	1.81	1.93	0.0920	0.1048	0.5316	1.89	1.007	2796	0.0009	893	0.788	0.148
10A	1135	90	0.18	0.31	0.0026	0.0400	0.66	1.02	0.0163	0.1325	0.1014	10.91	1.107	3073	0.00133	1031	1.3664	0.256672
10B	34	82	0.60	0.63	0.0217	0.0227	1.60	1.78	0.0739	0.1045	0.5643	1.87	1.055	2930	0.0009	952	0.816	0.153

Tableau G.10 : Critères de Fisher pondérés pour déterminer le nombre de noeuds cachés pour les réseaux à plus d'une sortie

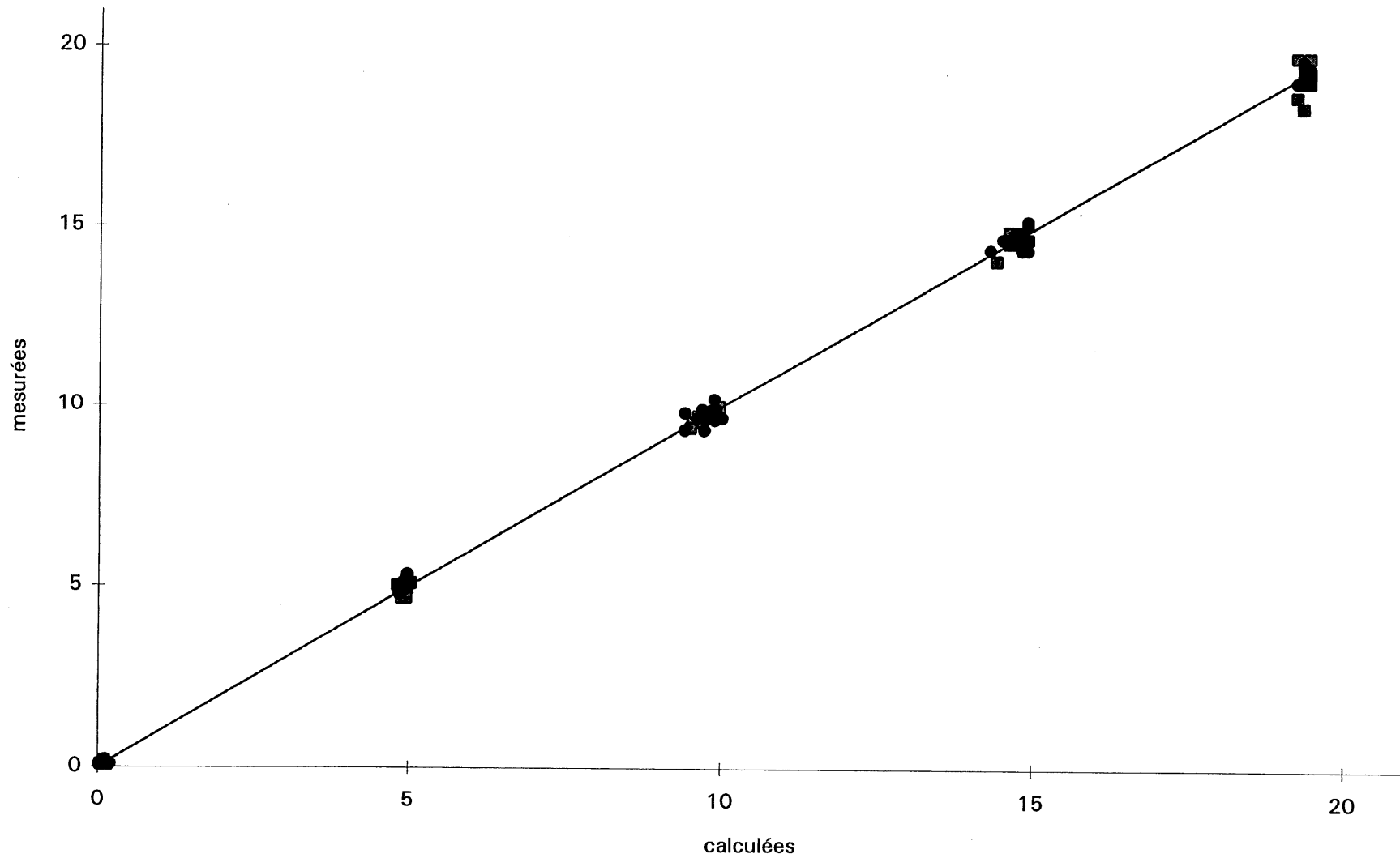
n. cachés	Fisher			SSR		
	5 entrees	10 entrees	15 entrees	5 entrees	10 entrees	15 entrees
3	0.349	0.724	0.438	0.199	0.560	0.315
4	0.549	0.726	0.244	0.207	0.615	0.212
5	0.340	0.166	0.248	0.300	0.578	0.200
6	0.614	0.569	0.534	0.847	0.563	0.603
7	0.319	0.762	0.728	0.259	0.789	0.830
8	0.487	0.341	0.756	0.390	0.544	0.669
9	0.373	0.490	0.558	0.390	0.277	0.804
10	0.093	0.365	0.809	0.148	0.271	0.848

# Annexe H

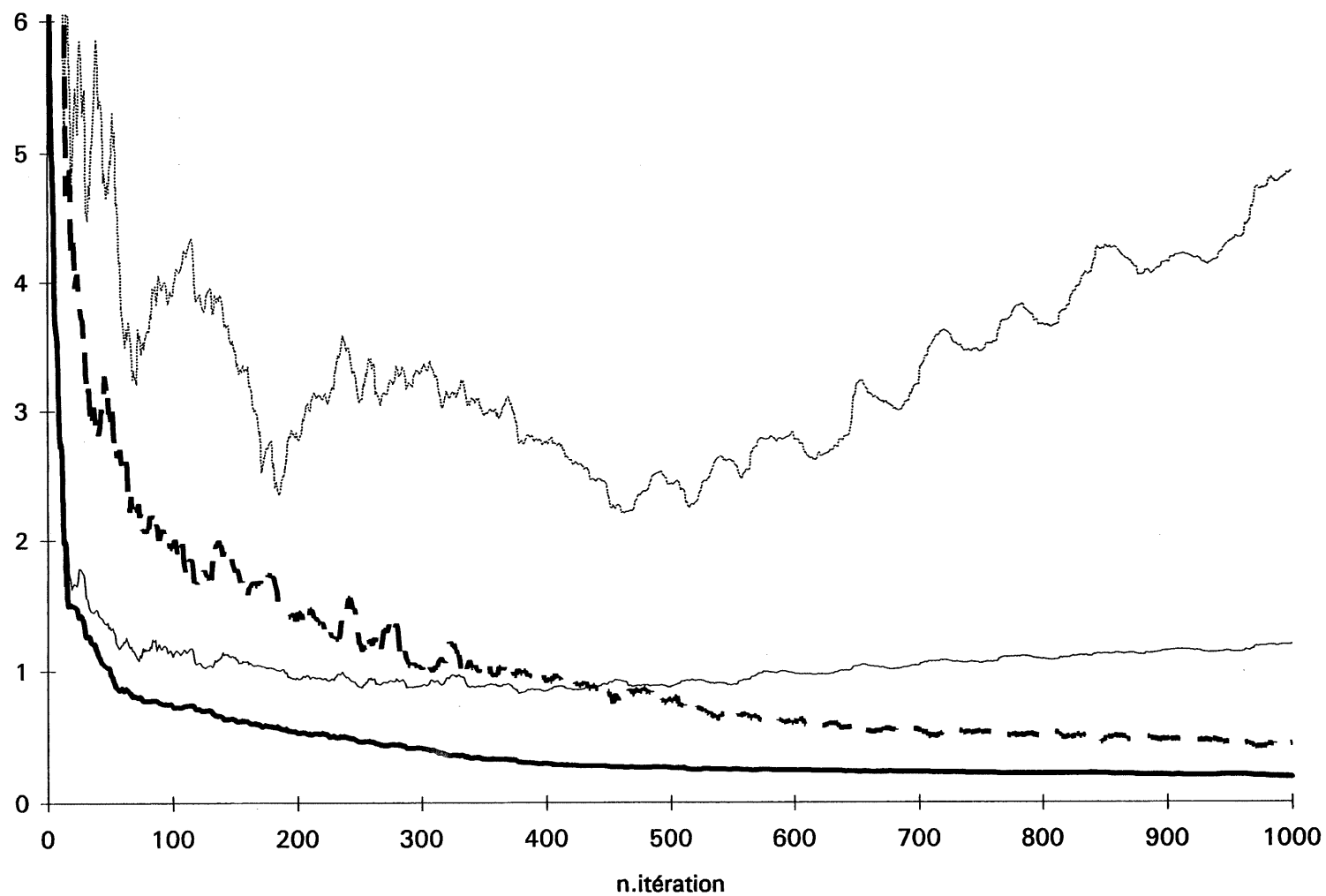
(Graphiques des résultats obtenus  
avec les réseaux de neurones)



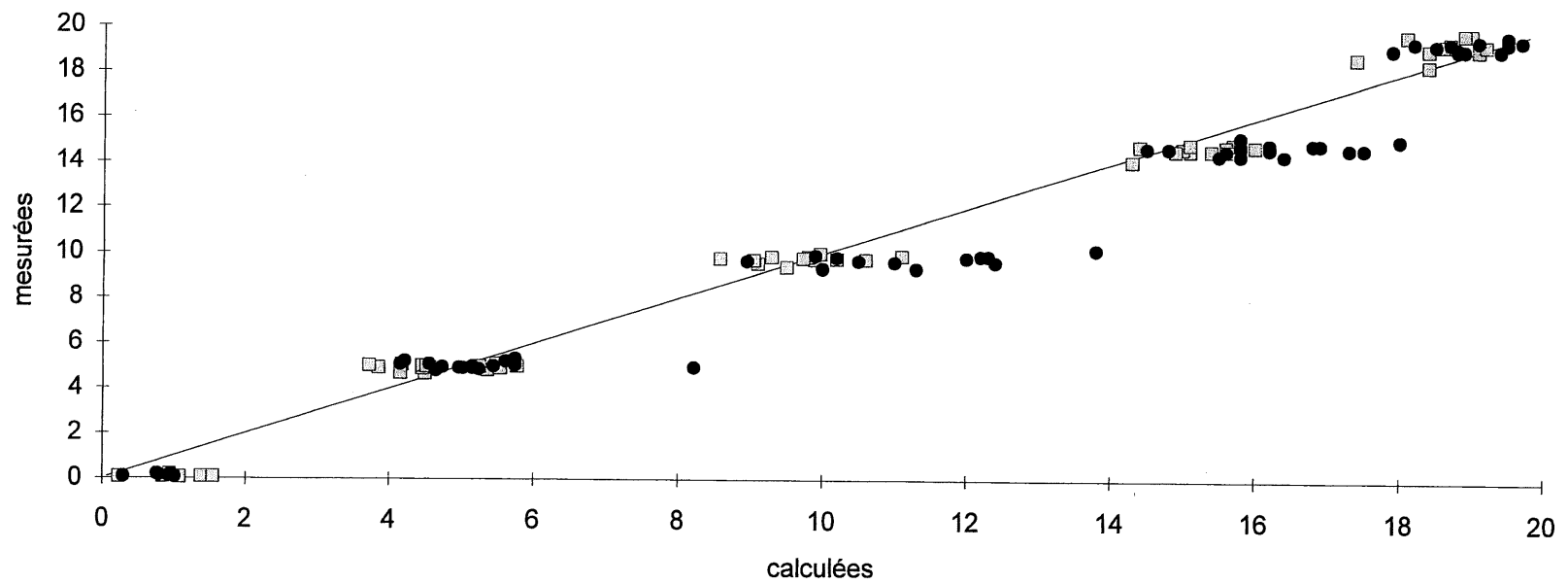
Graphique H.1a : Écart moyens et maximums pour les ensembles d'entraînement (k) et de validation (v) (5/9/pyrolyse)



Graphique H.1b : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau (5/9/pyrolyse)

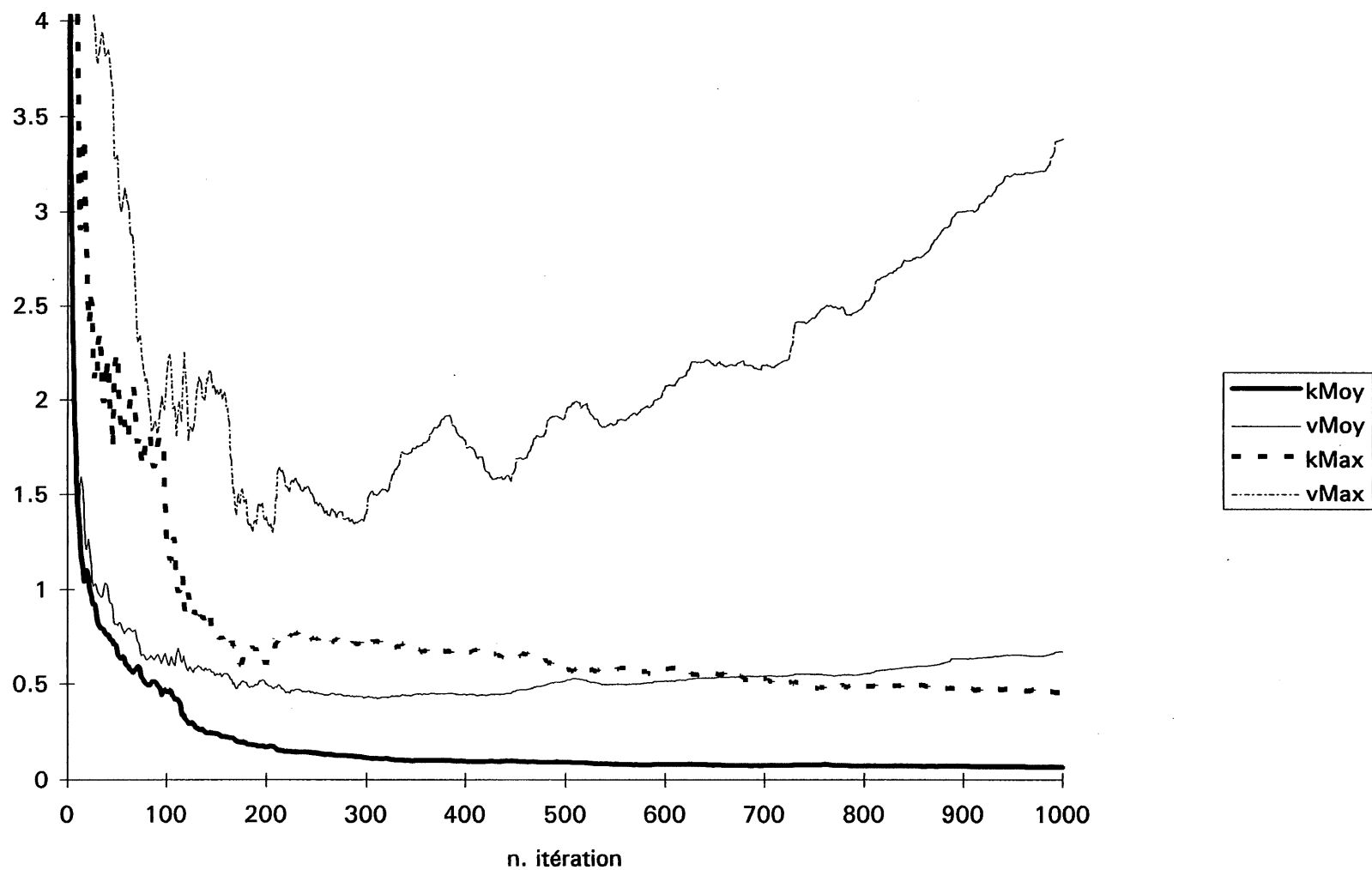


Graphique H.2a : Écarts moyens et maximums pour les ensembles d'entraînement (k) et de validation (v) (10/6/pyrolyse)

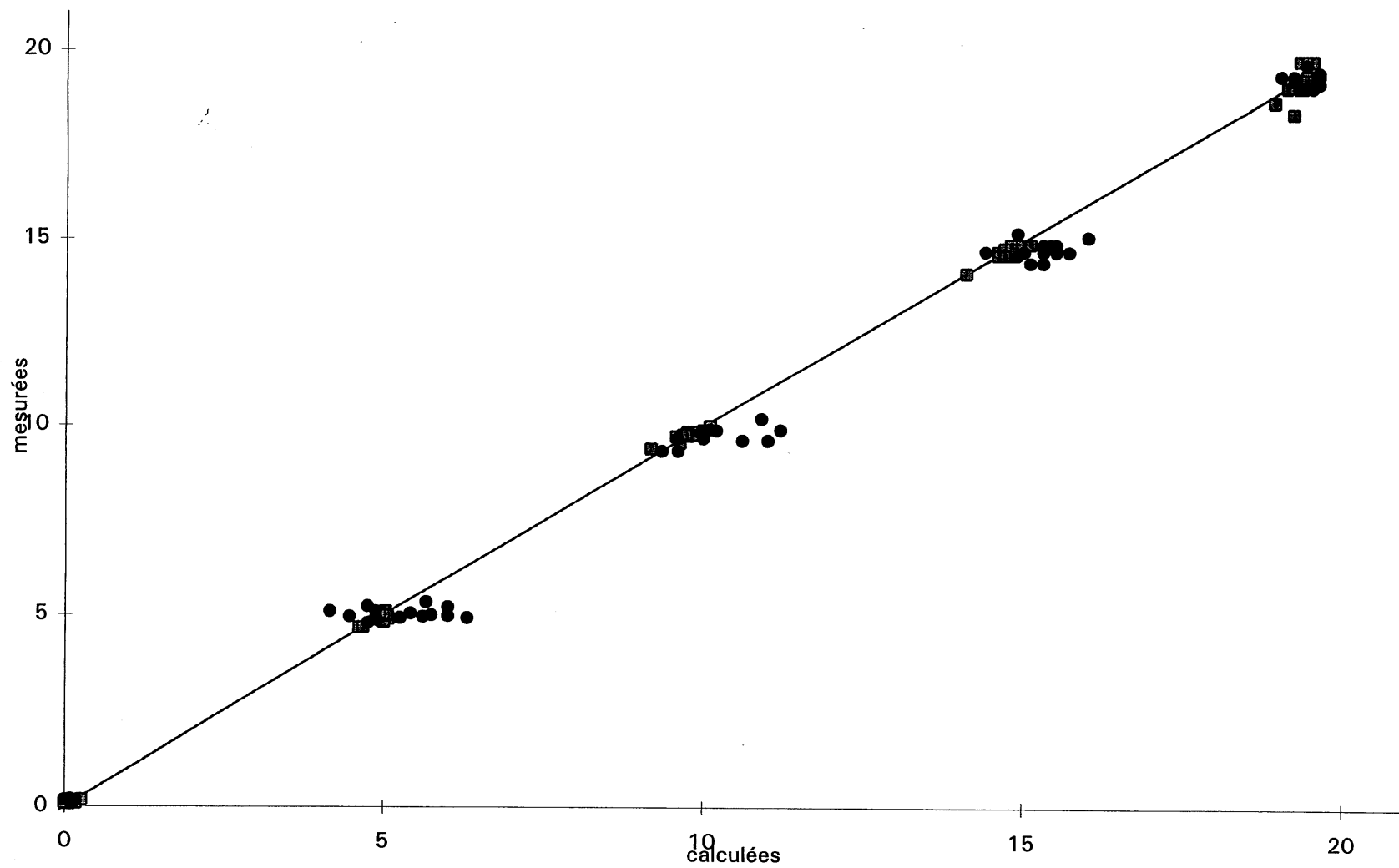


Graphique H.2b : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau (10/6/pyrolyse)

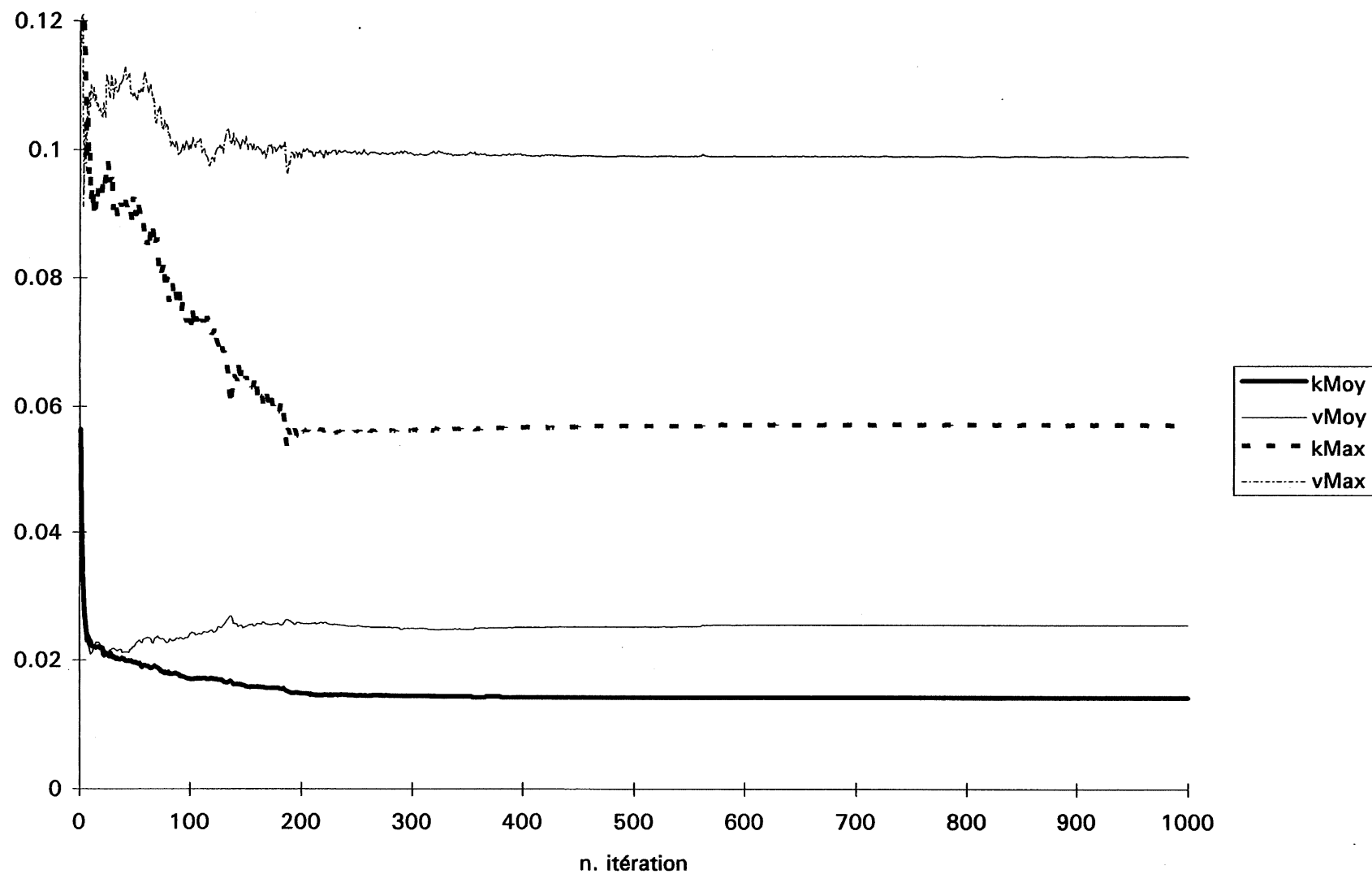




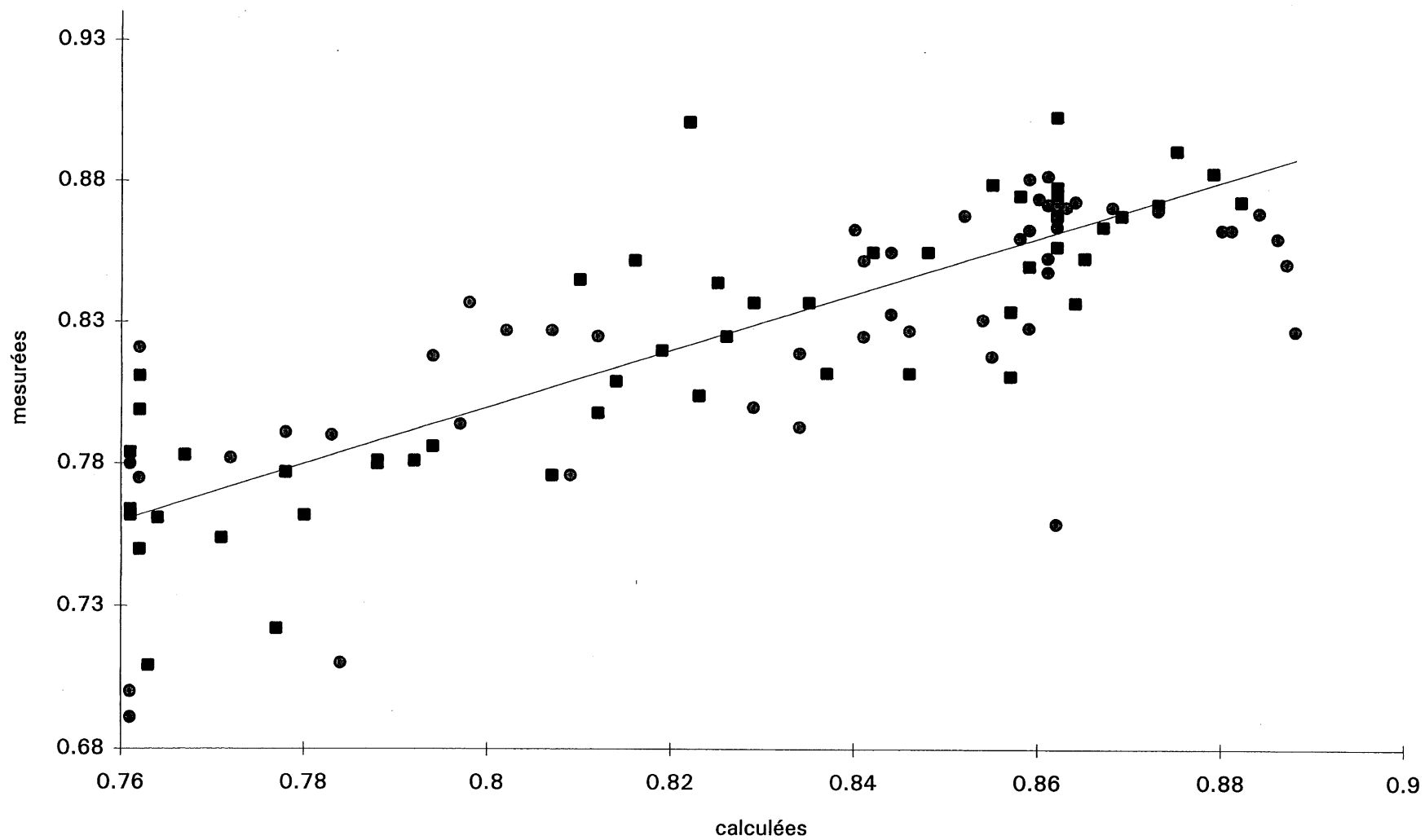
Graphique H.3a : Écart moyens et maximums pour les ensembles d'entraînement (k) et de validation (v) (15/8/pyrolyse)



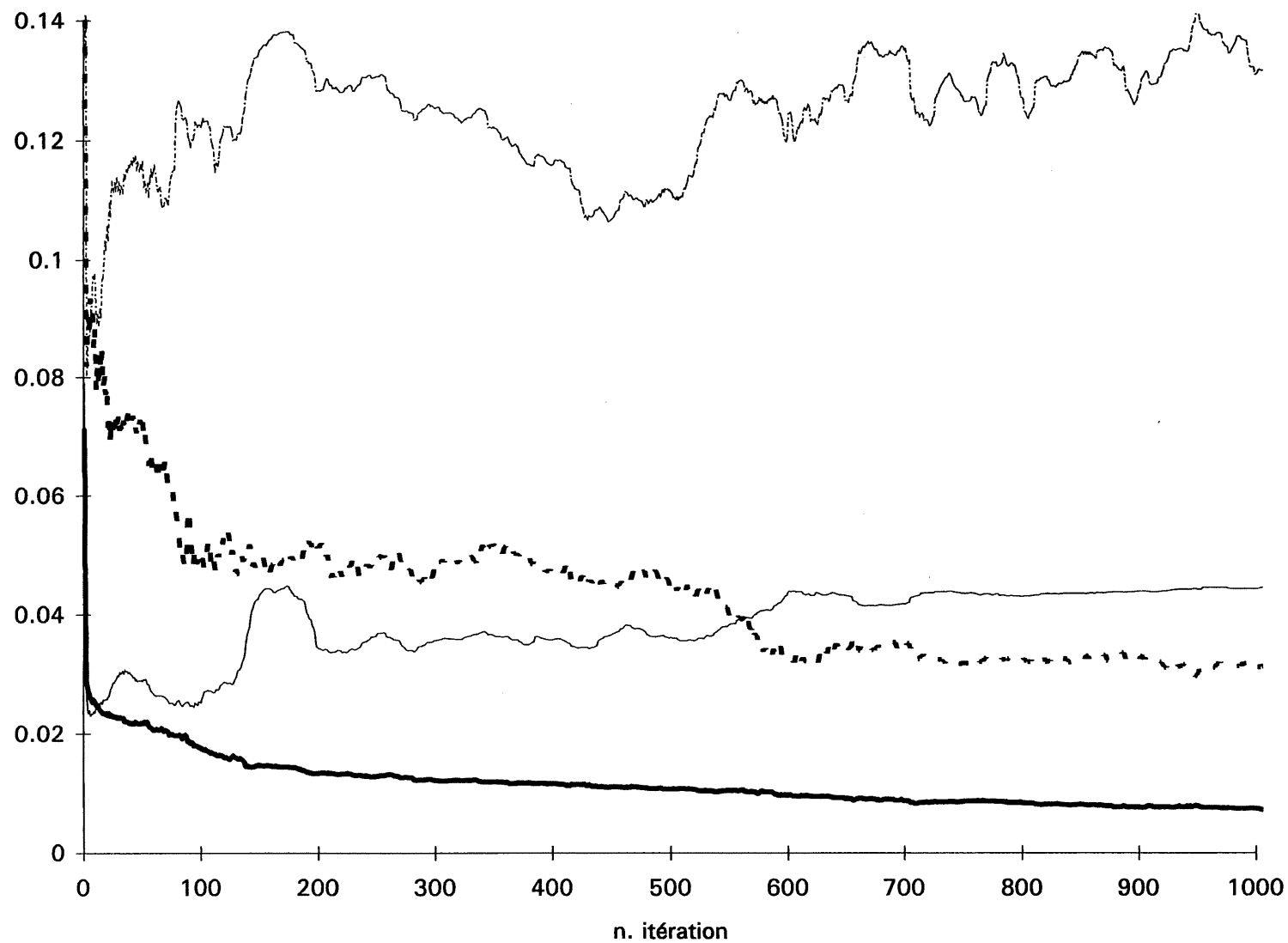
Graphique H.3b : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau (15/8/pyrolyse)



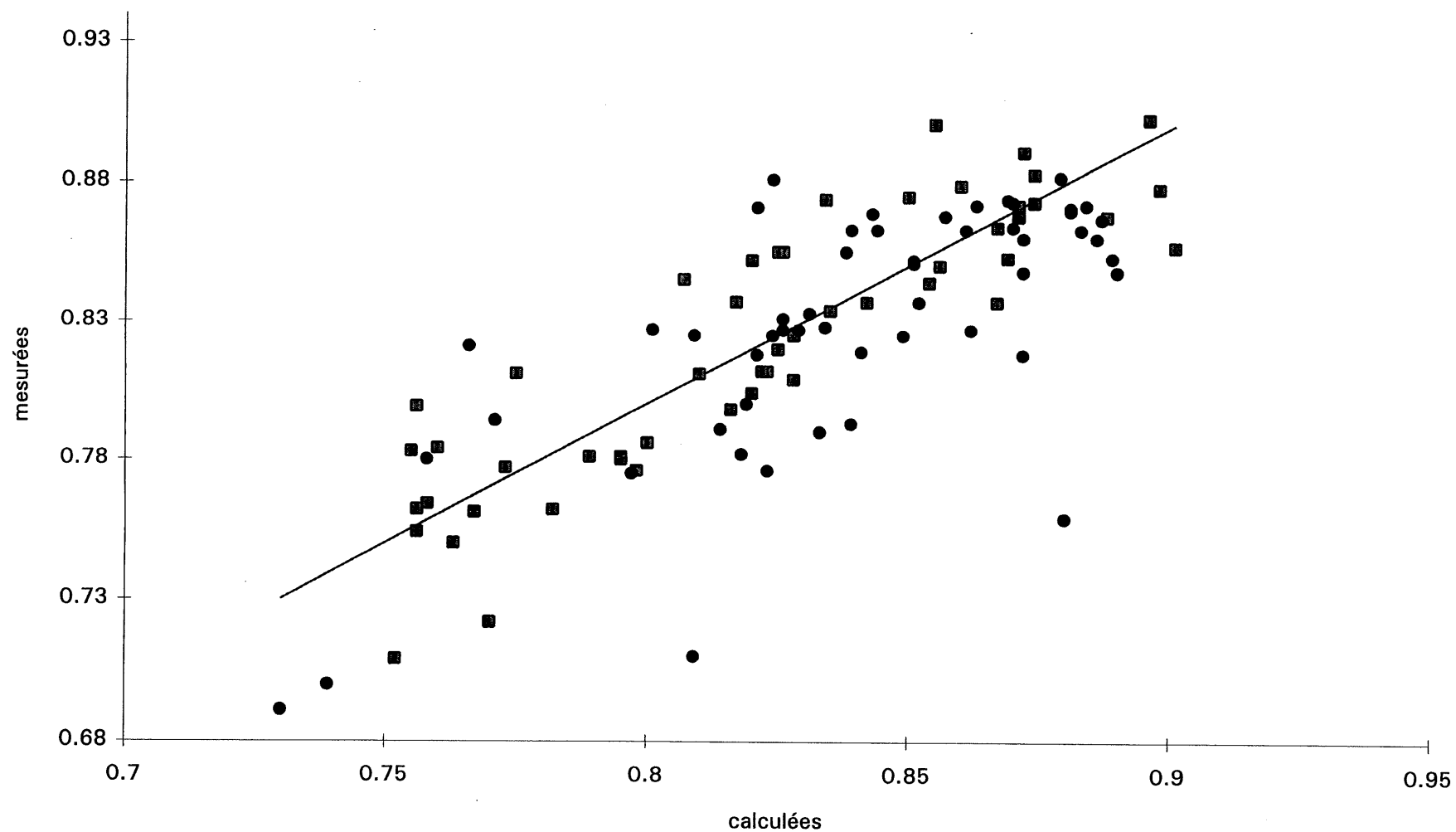
Graphique H.4a : Écart moyens et maximums pour les ensembles d'entrainement (k) et de validation (v) (5/3/dispersion)



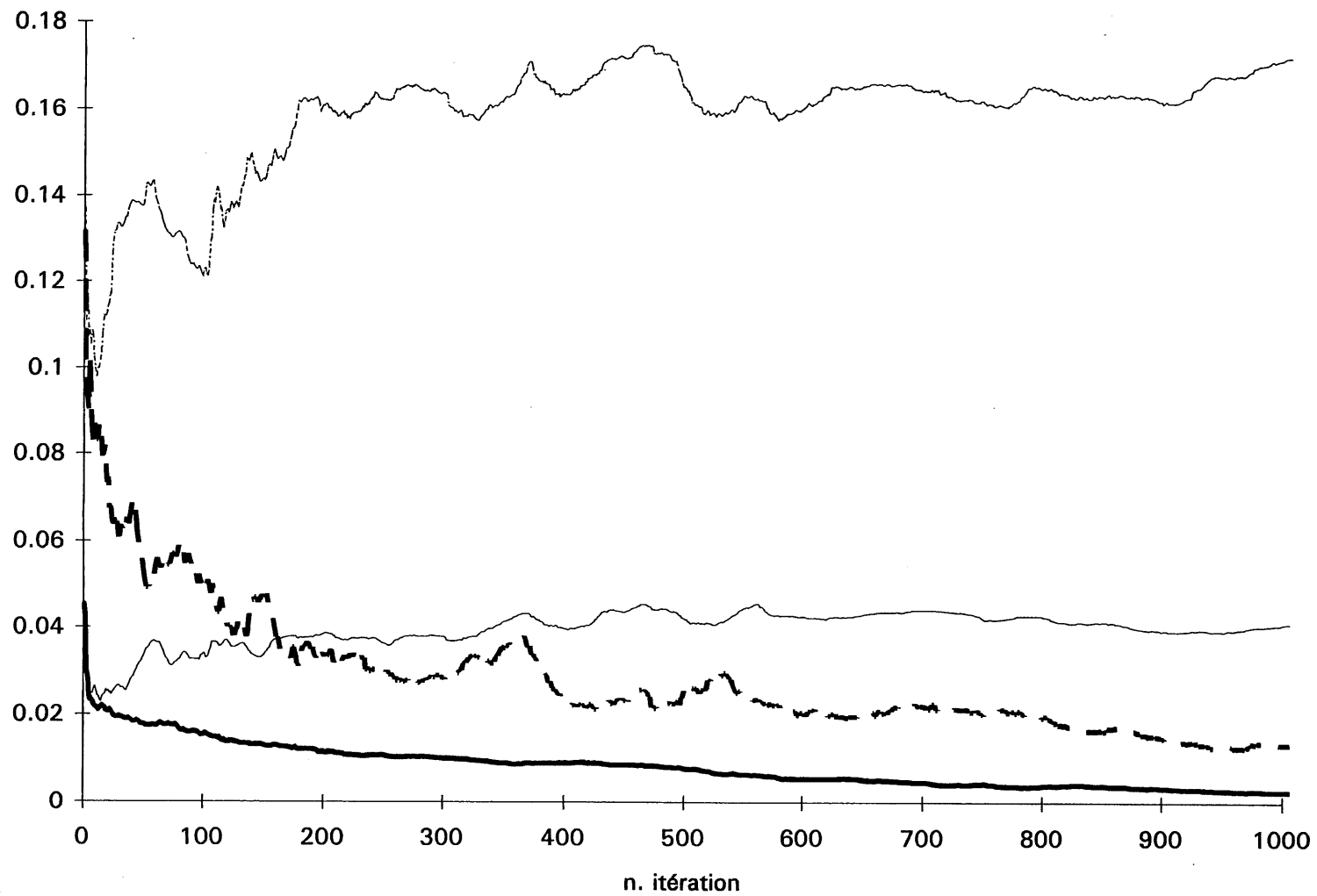
Graphique H.4b : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau (5/3/dispersion)



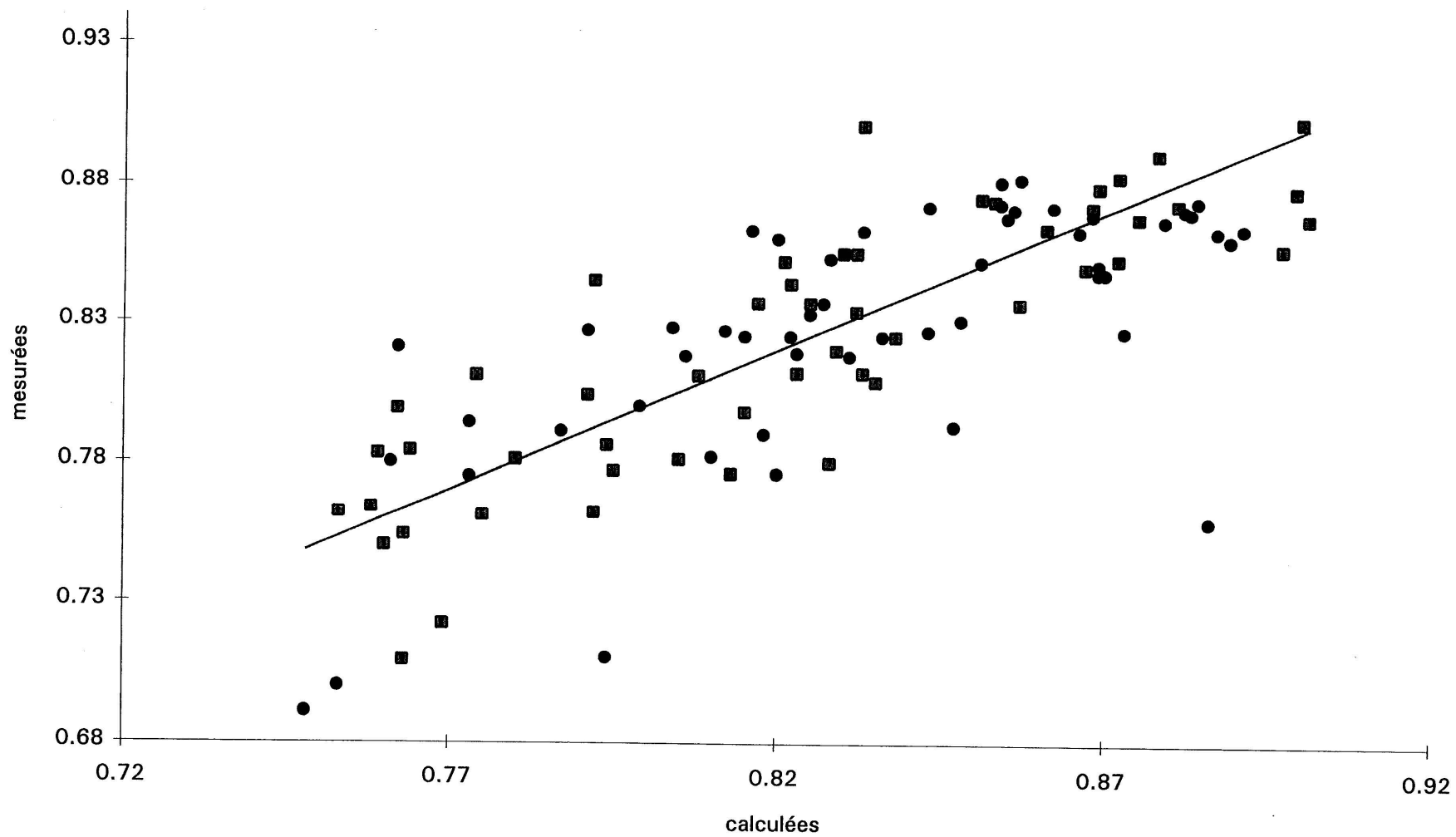
Graphique H.5a : Écarts moyens et maximums pour les ensembles d'entrainement (k) et de validation (v)  
(10/8/dispersion)



Graphique H.5b : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau (10/8/dispersion)

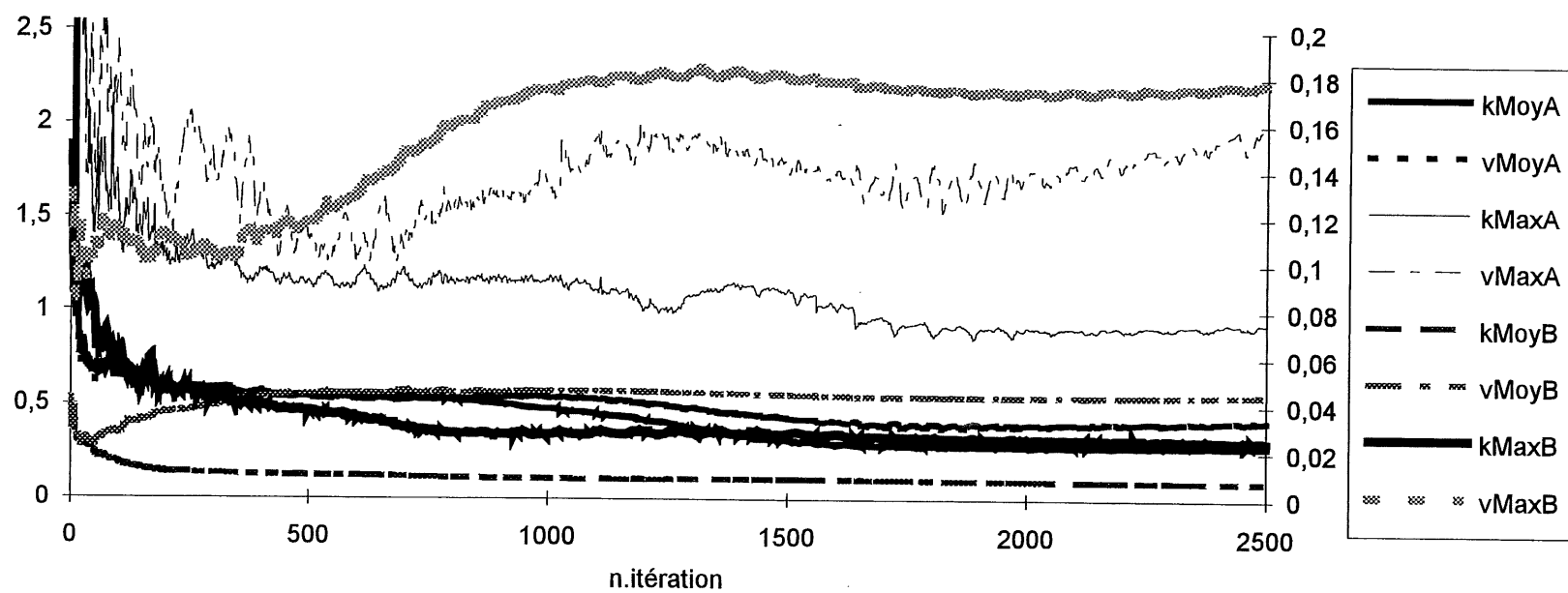


Graphique H.6a : Écarts moyens et maximums pour les ensembles d'entrainement (k) et de validation (v)  
(15/6/dispersion)

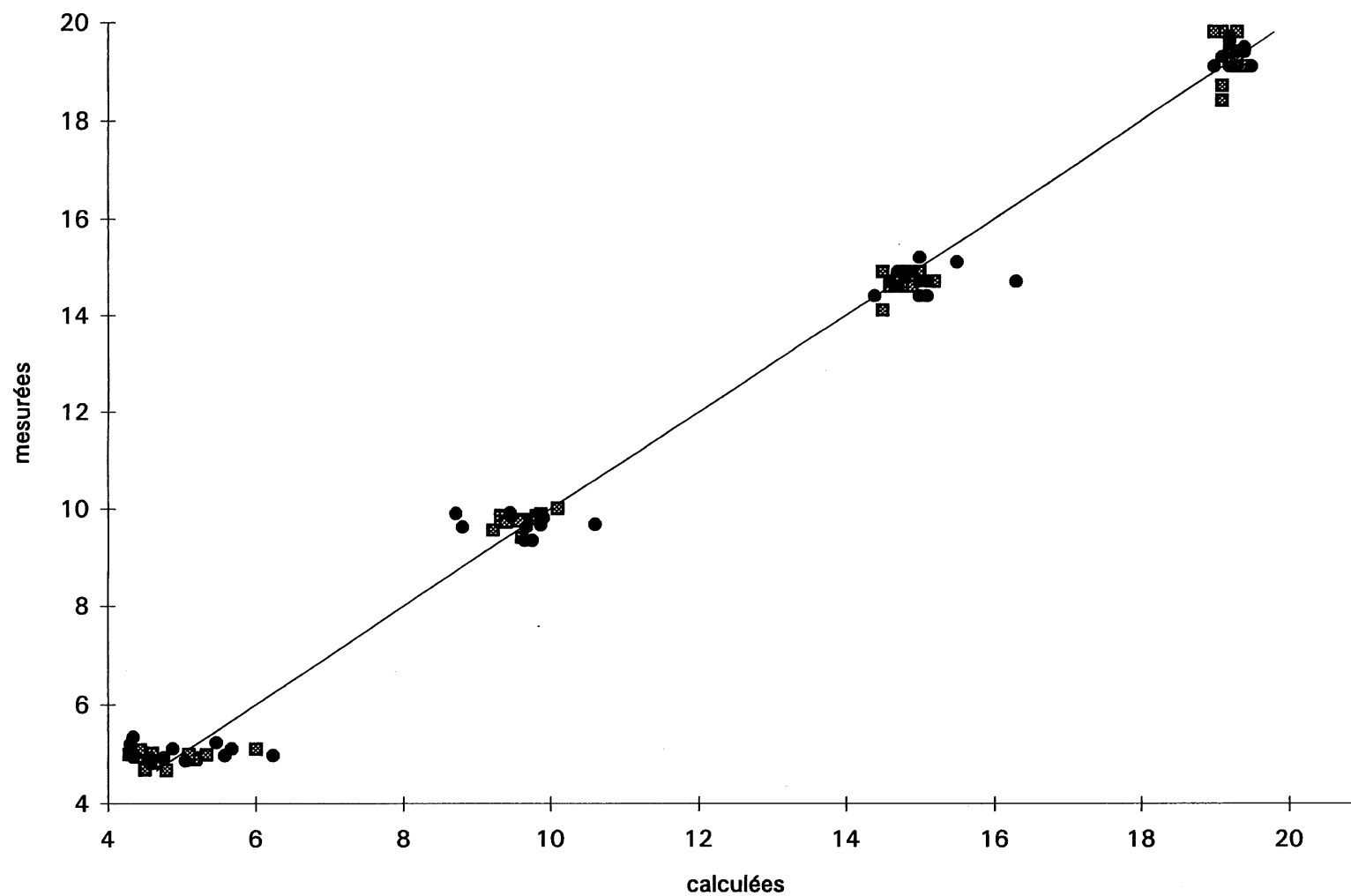


Graphique H.6b : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau (15/6/dispersion)

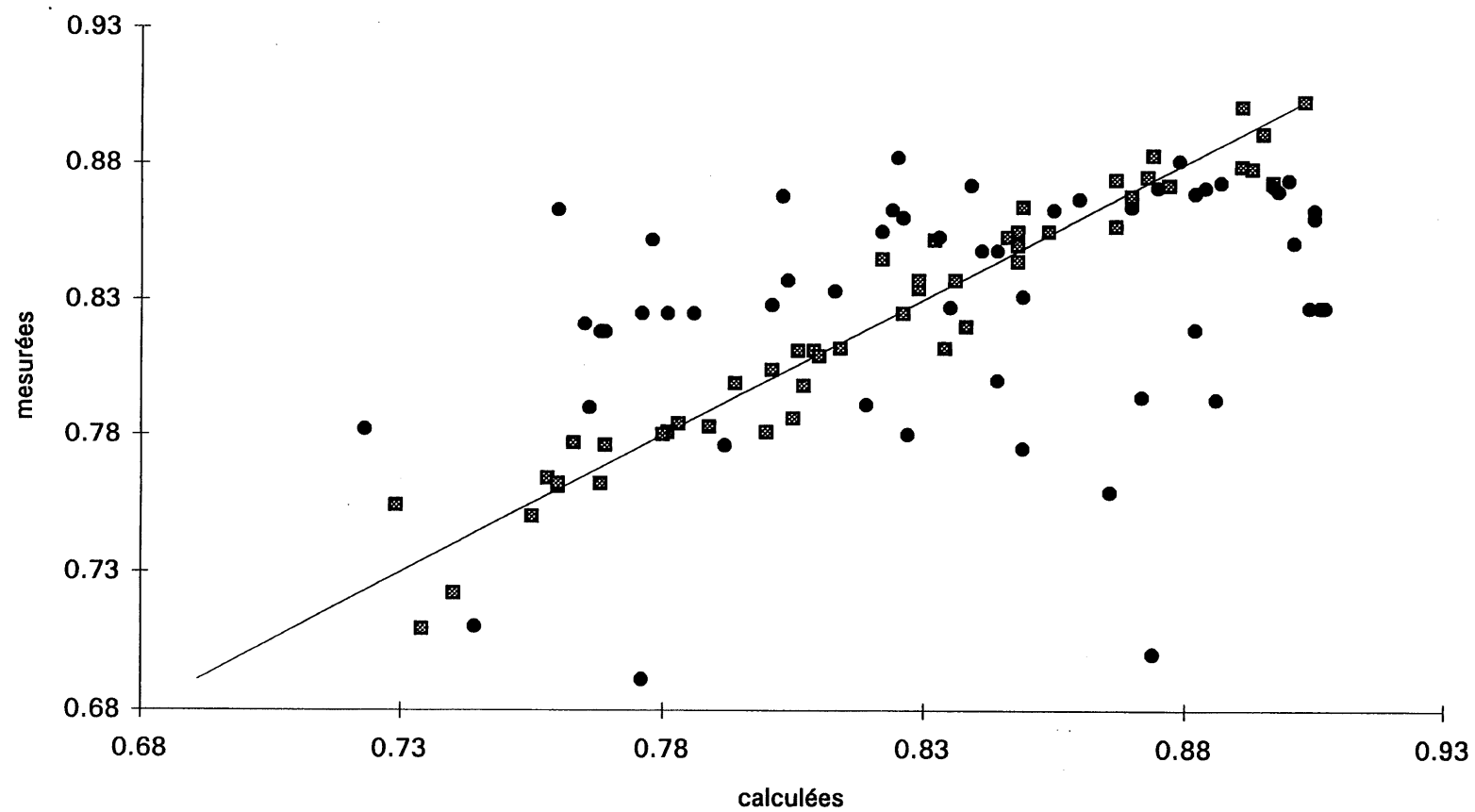




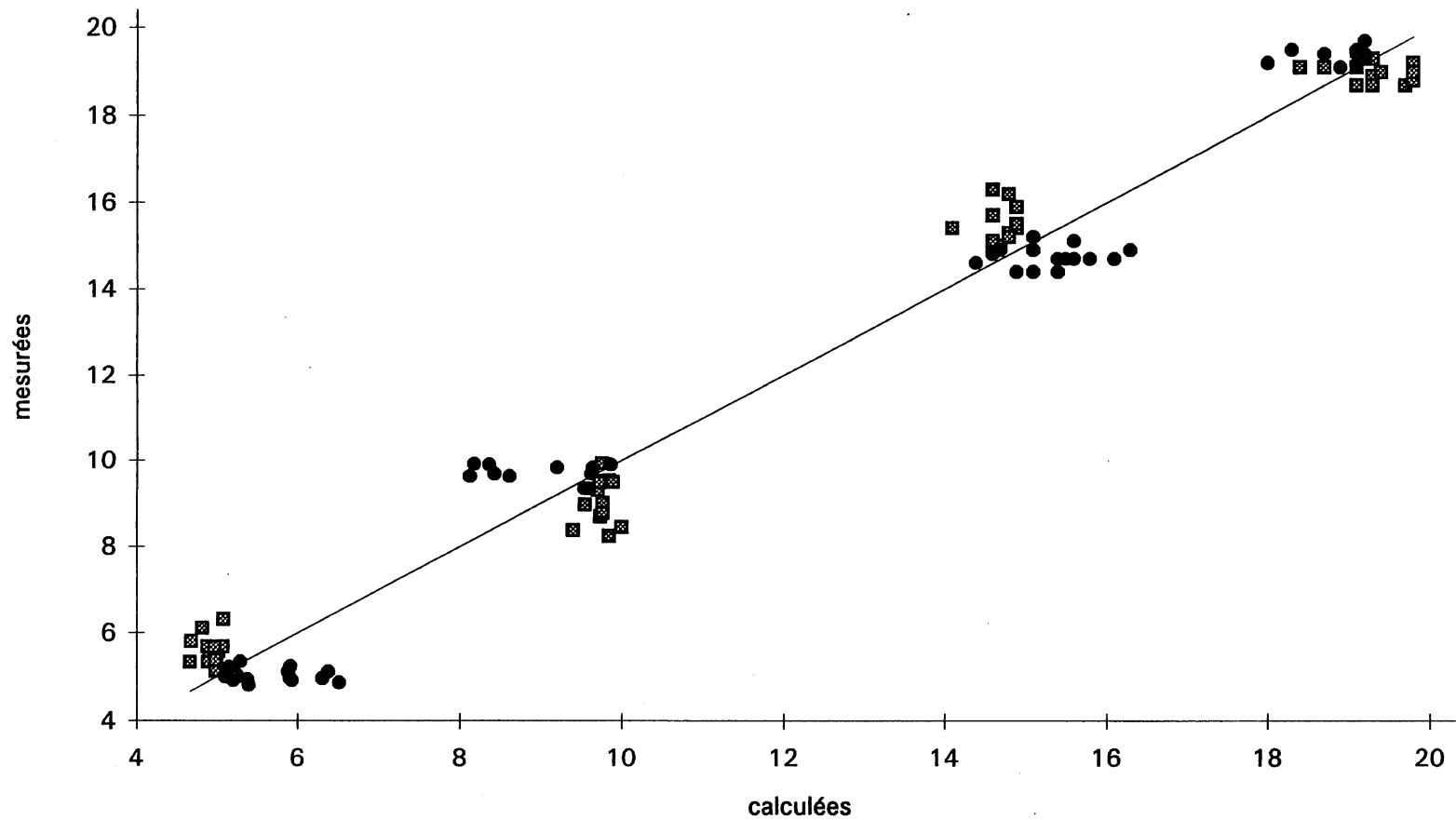
Graphique H.7a : Écart moyen et maximum pour les ensembles d'entraînement (k) et de validation (v)  
(5/6/[pyrolyse+dispersion])



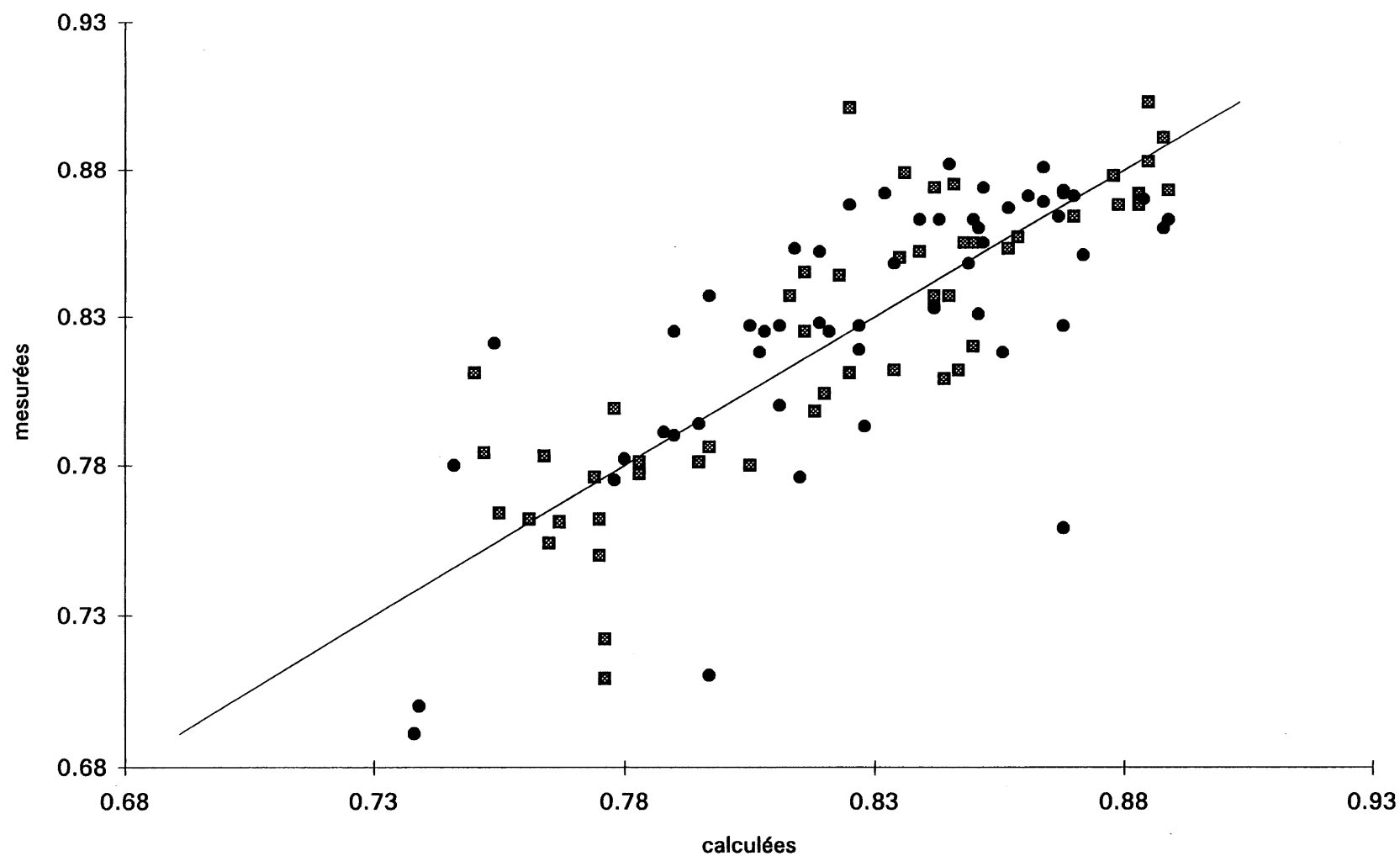
Graphique H.7b : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(5/6/[pyrolyse+dispersion])



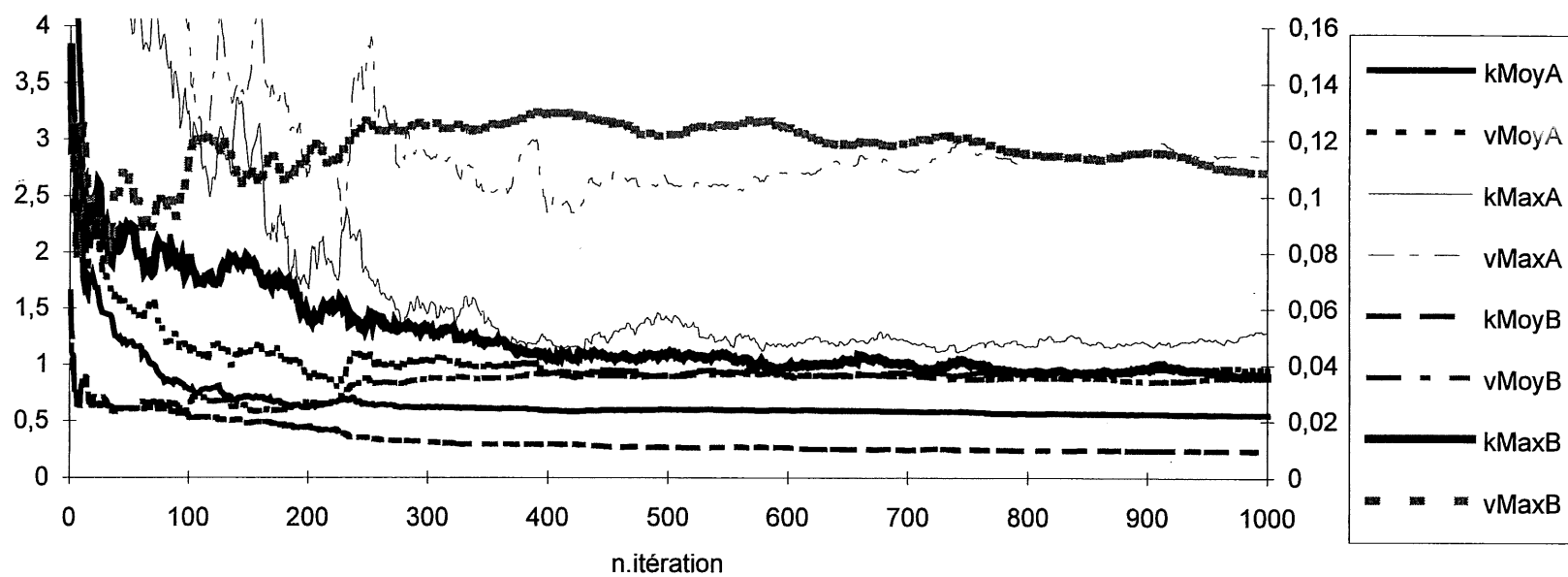
Graphique H.7c : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
( $5/6/[pyrolyse+dispersion]$ )



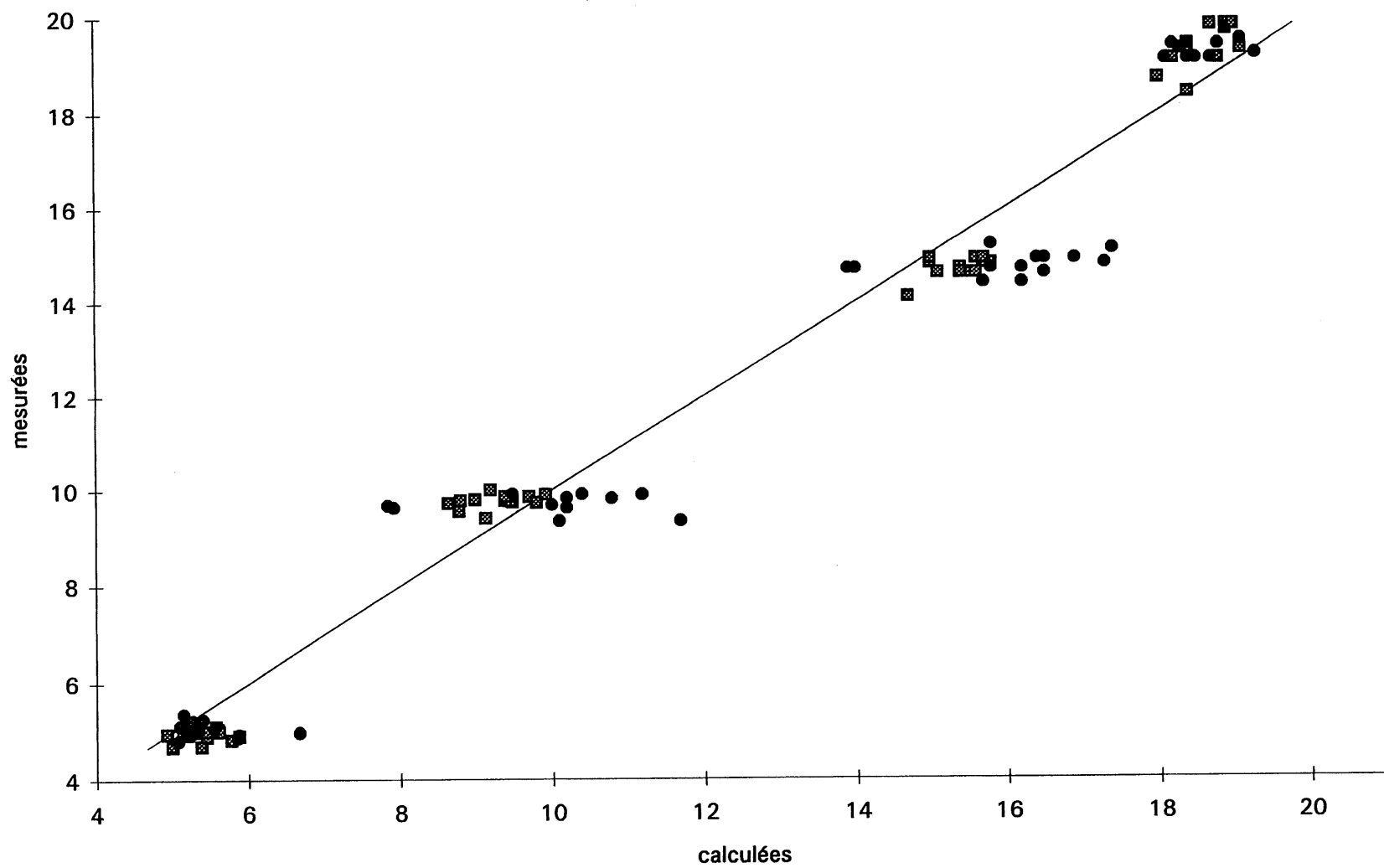
Graphique H.7d : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(5/6/[pyrolyse+dispersion])



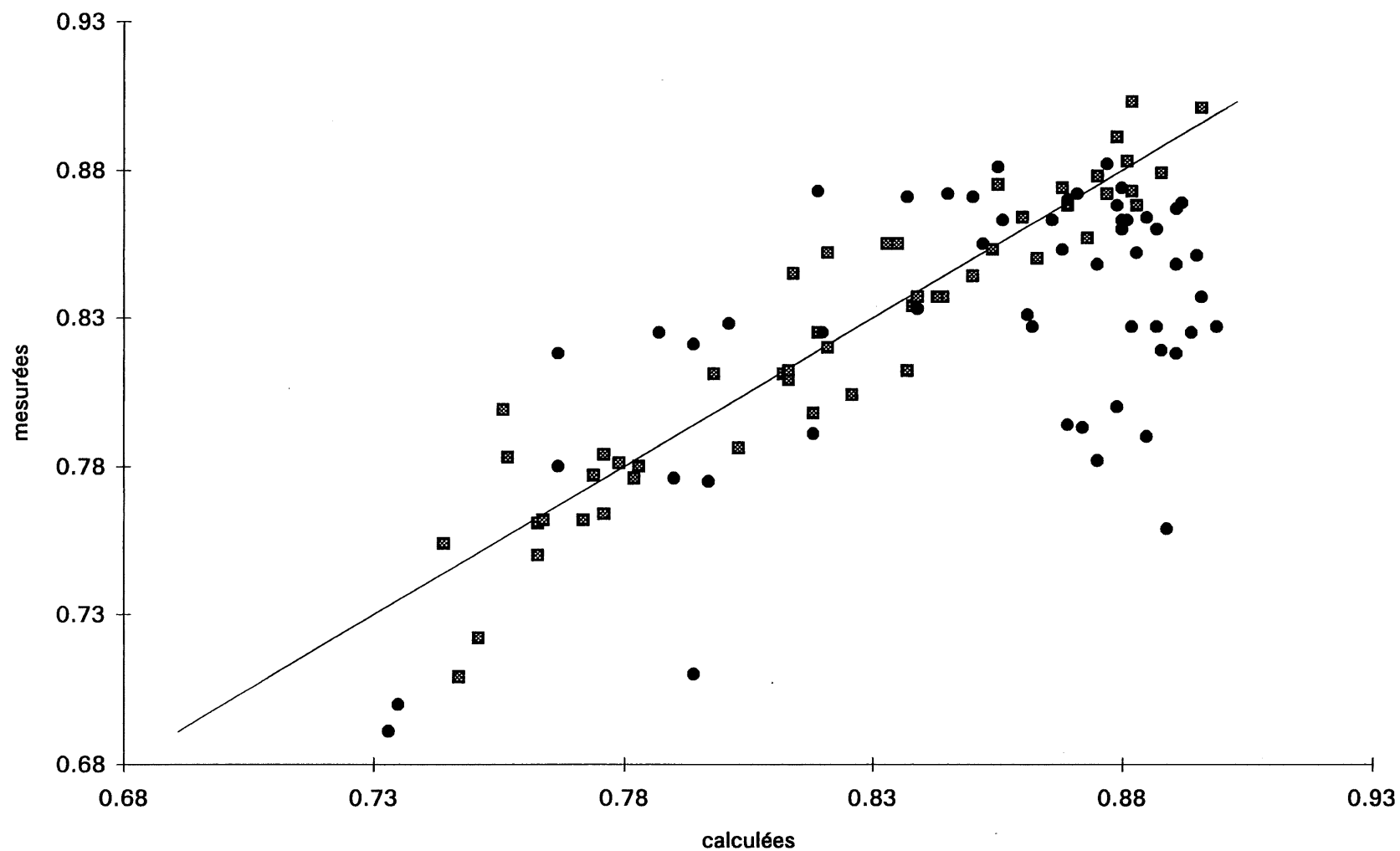
Graphique H.7e : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
( $5/6/[pyrolyse+dispersion]$ )



Graphique H.8a : Écarts moyens et maximums pour les ensembles d'entrainement (k) et de validation (v)  
(10/7/[pyrolyse+dispersion])

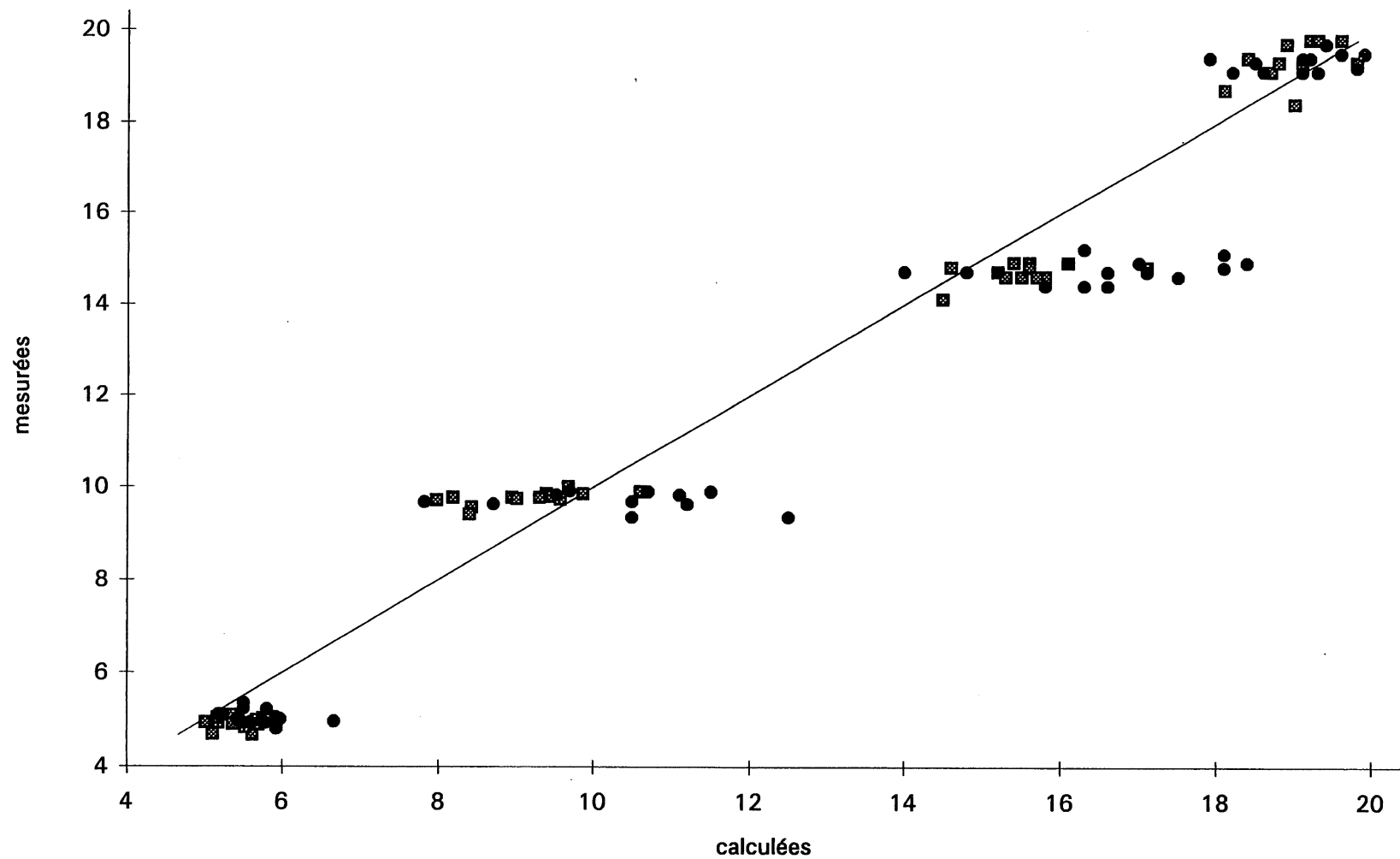


Graphique H.8b : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(10/7/[pyrolyse+dispersion])

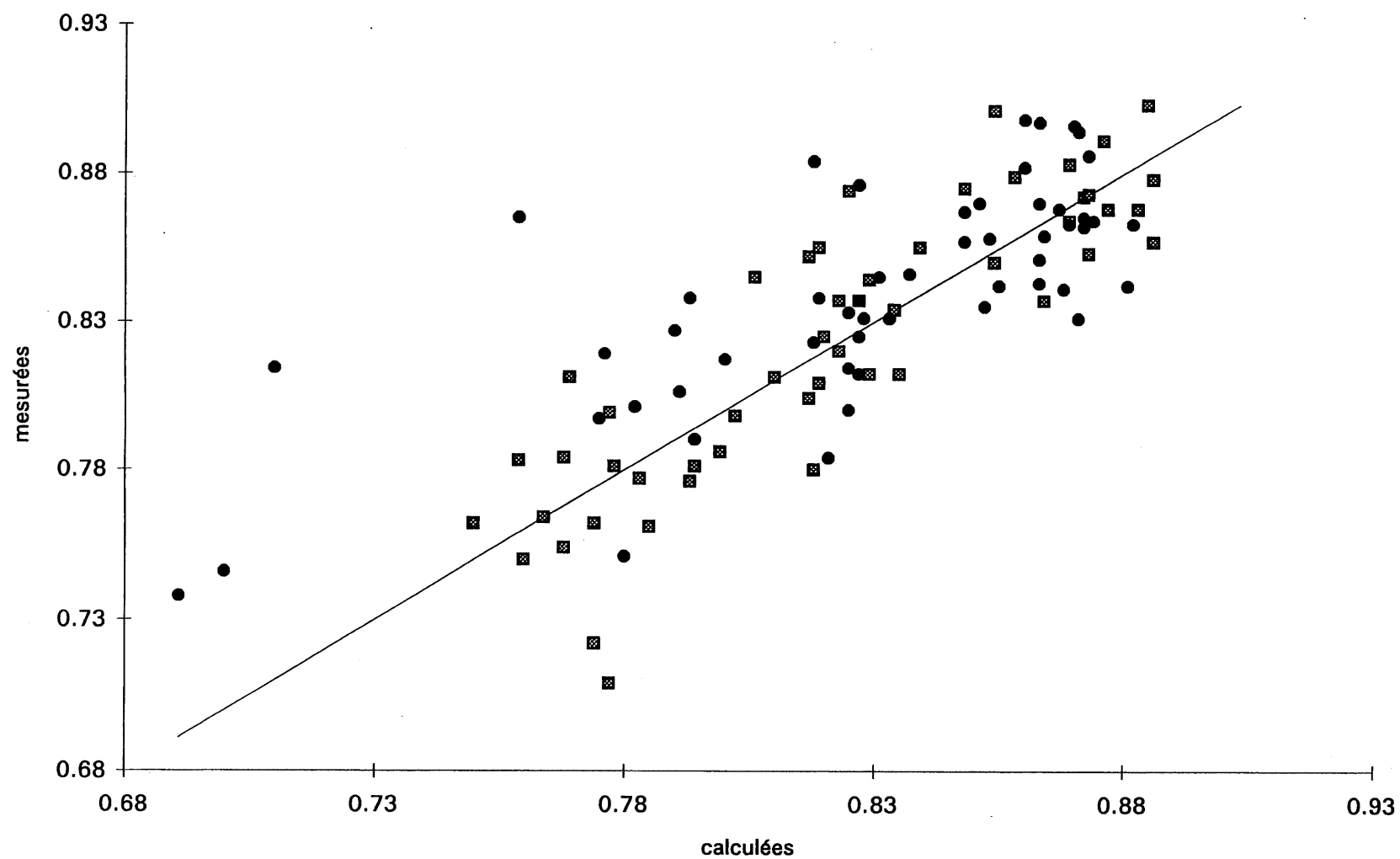


Graphique H.8c : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
( $10/7/[pyrolyse+dispersion]$ )

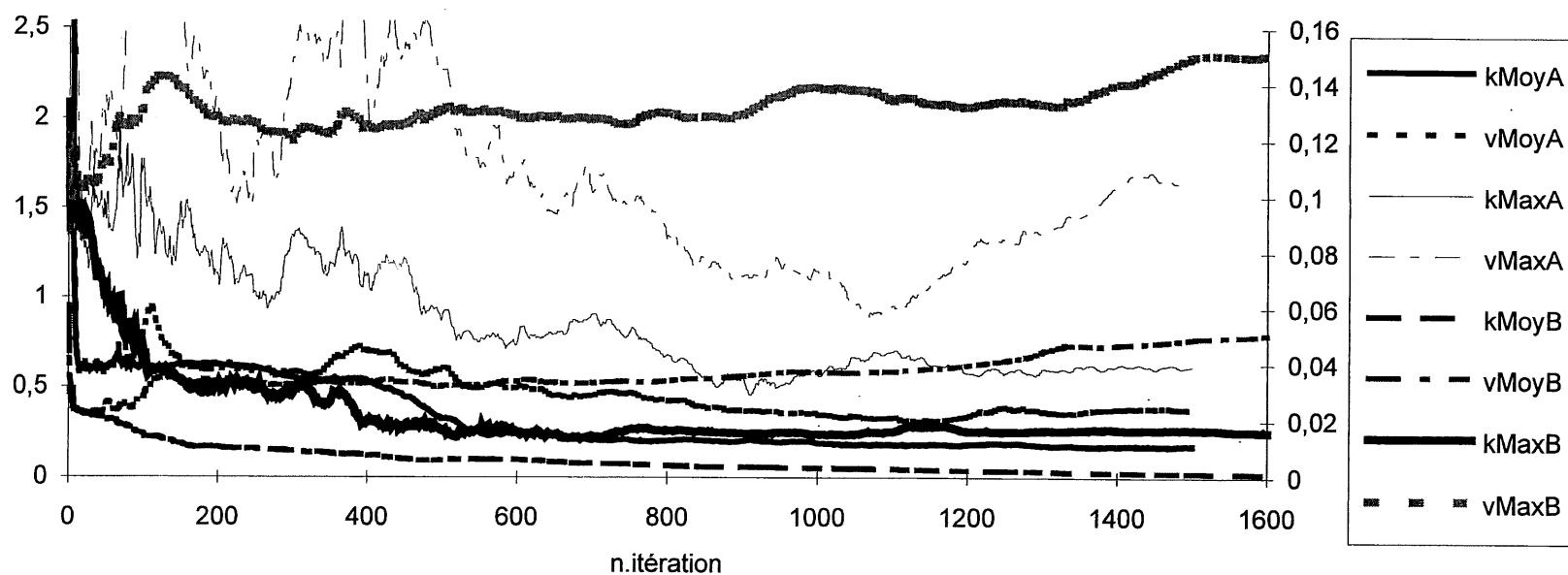




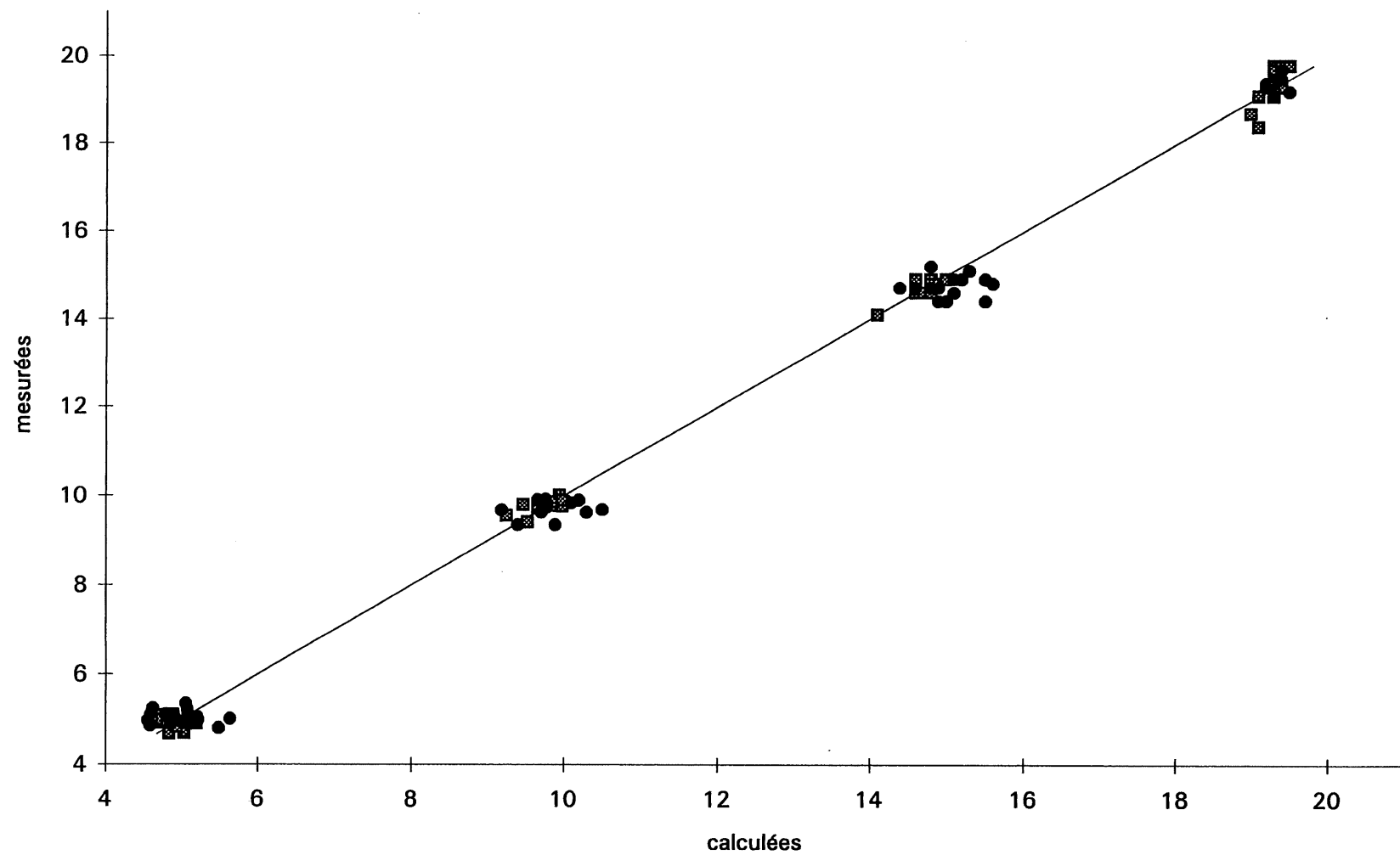
Graphique H.8d : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(10/7/[pyrolyse+dispersion])



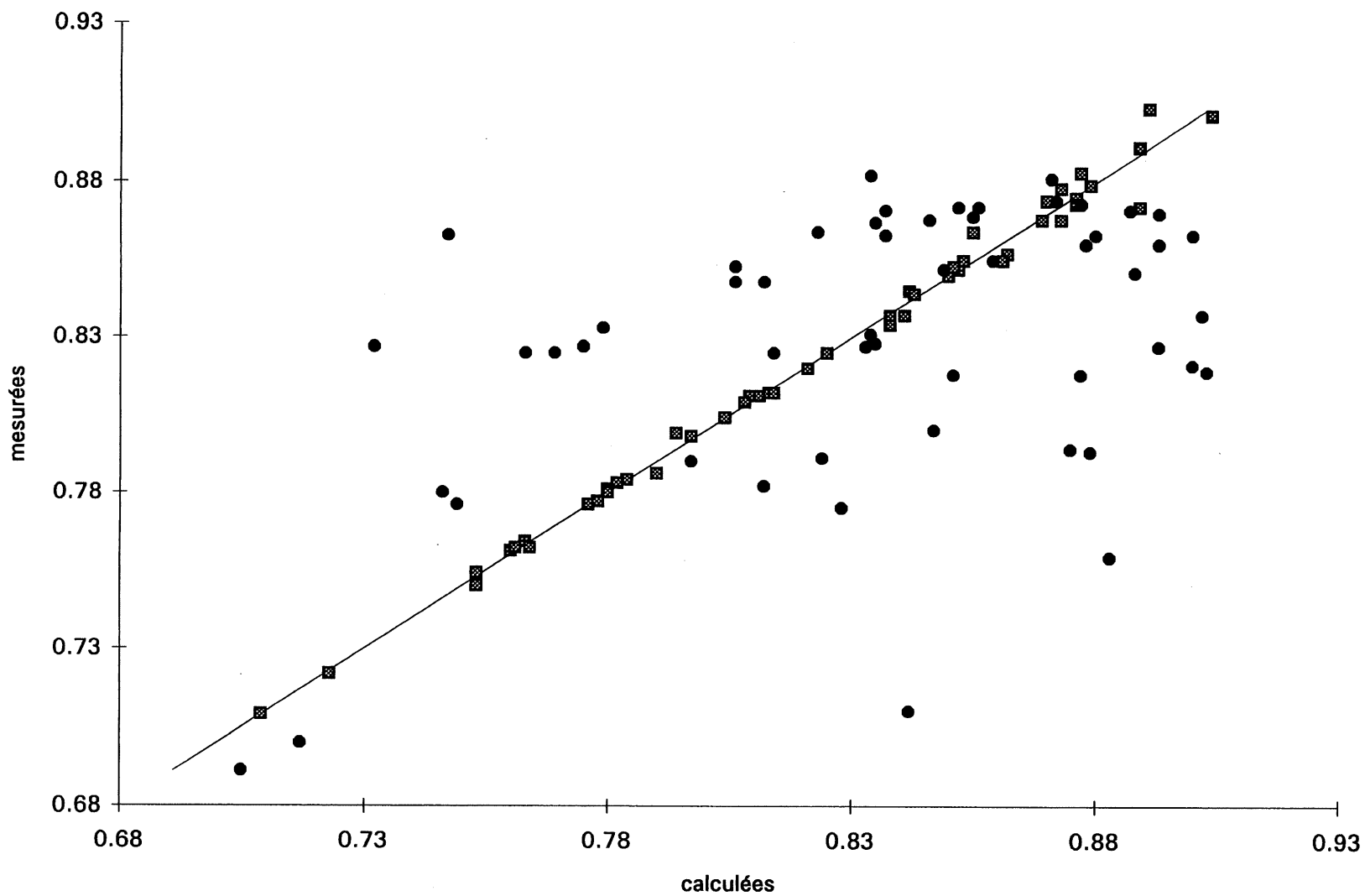
Graphique H.8e : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
( $10/7/[\text{pyrolyse} + \text{dispersion}]$ )



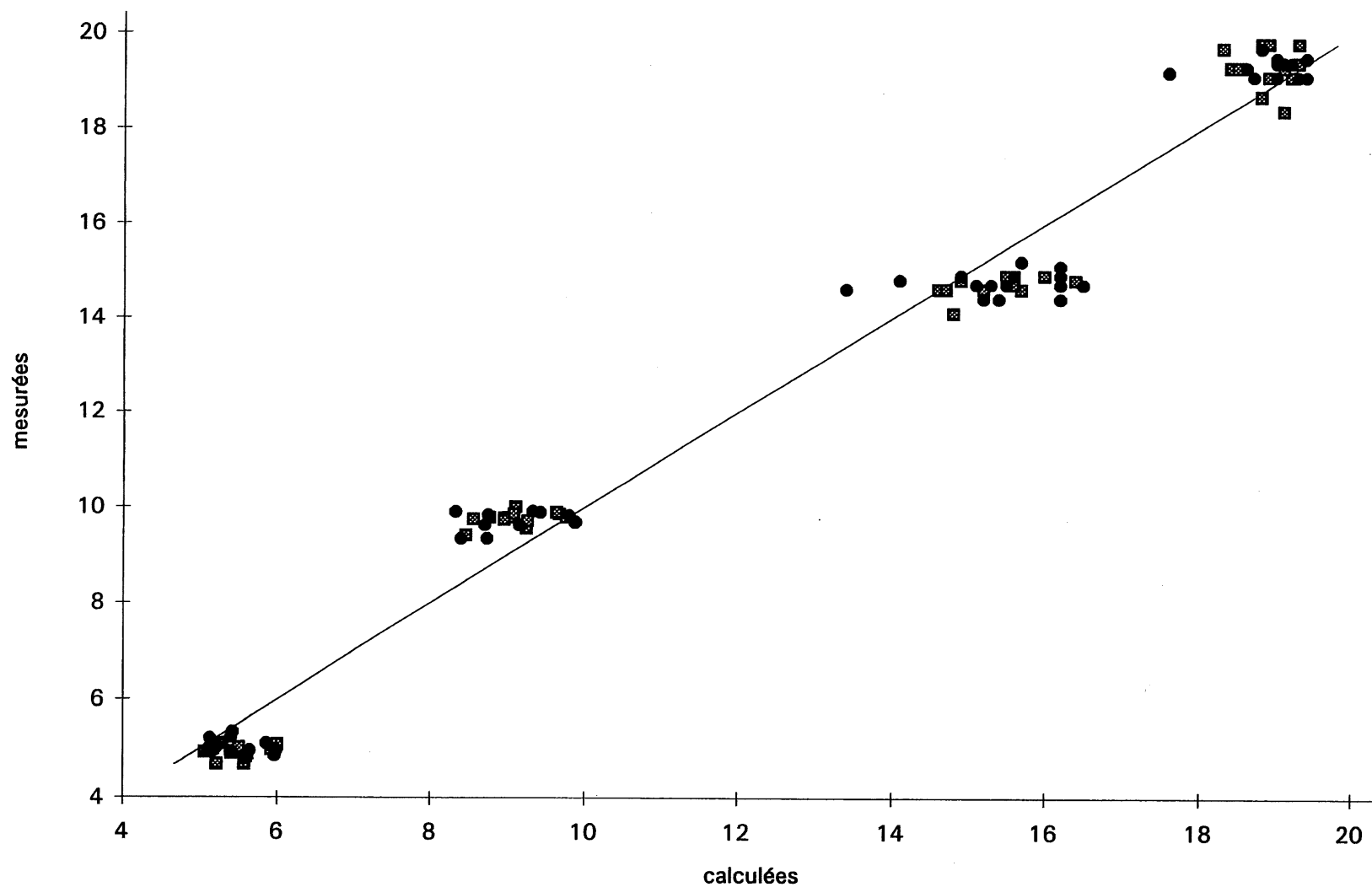
Graphique H.9a : Écart moyens et maximums pour les ensembles d'entrainement (k) et de validation (v)  
(15/10/[pyrolyse+dispersion])



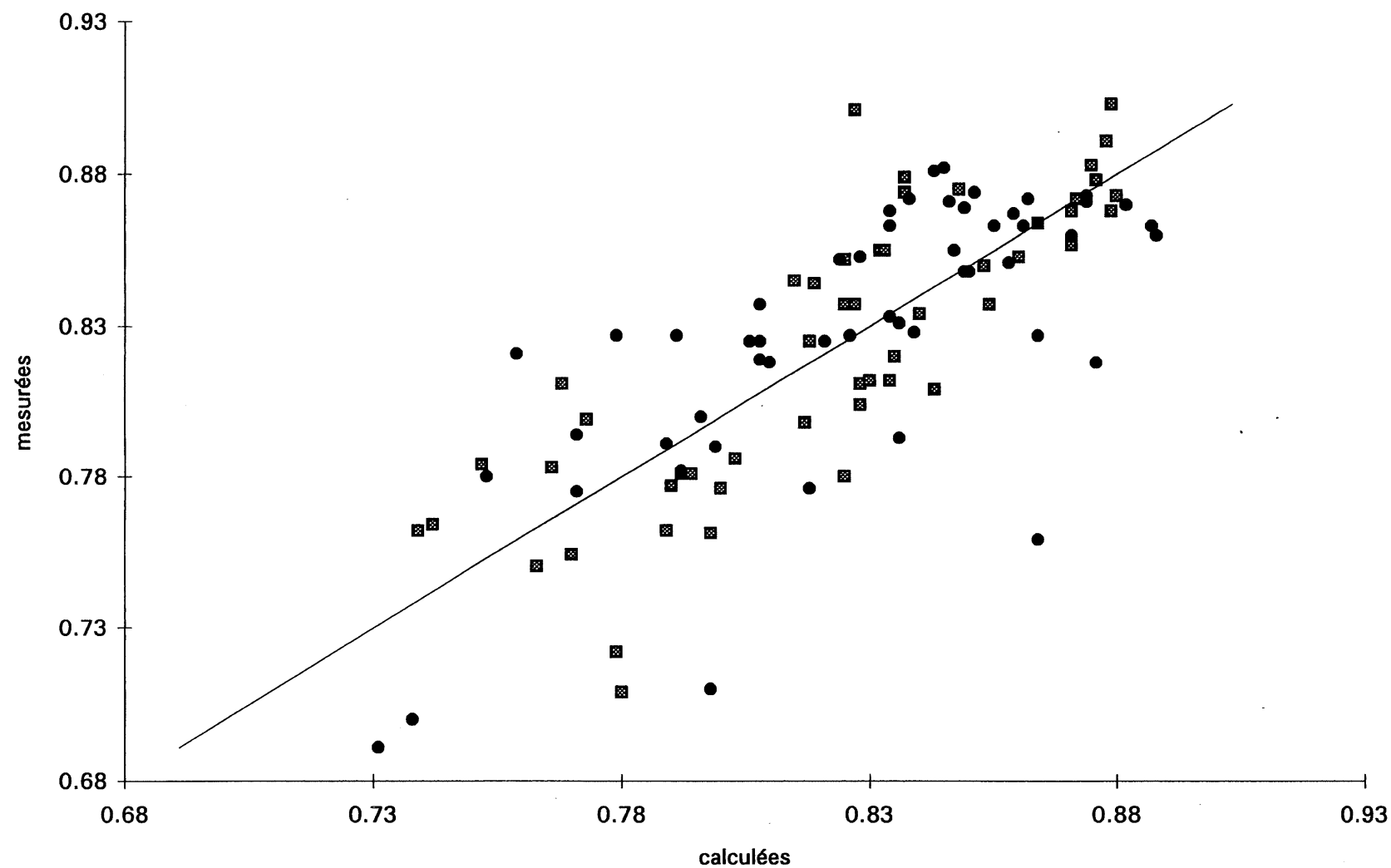
Graphique H.9b : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(15/10/[pyrolyse+dispersion])



Graphique H.9c : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(15/10/[pyrolyse+dispersion])



Graphique H.9d : Fractions massiques mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(15/10/[pyrolyse+dispersion])



Graphique H.9e : Indices de dispersion mesurées en fonction de celles calculées pour le réseau  
(15/10/[pyrolyse+dispersion])

# **Annexe I**

(Critères statistiques calculés entre les valeurs mesurées  
et calculées par le réseau de neurones)



Tableau I.1 : Critères de corrélation linéaires calculées entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par le réseau de neurones.

Sortie	Entrées	Entraînement et validation		Entraînement seulement		Validation seulement		DDLN
		R2***	DDLRL	R2***	DDLRL	R2***	DDLRL	
Pyrolyse	Man.	0.999	116	0.999	55	0.999	59	59
Pyrolyse	Mes.	0.973	116	0.987	55	0.967	59	63
Pyrolyse	Man. + mes.	0.996	116	0.999	55	0.994	59	122
ID	Man.	0.644	102	0.727	49	0.564	51	17
ID	Mes.	0.635	102	0.778	49	0.54	51	87
ID	Man. + mes.	0.603	102	0.716	49	0.481	51	88
Pyrolyse*+ID	Man. P	0.993	102	0.995	49	0.991	51	45
Pyrolyse + ID*	Man. I	0.433	102	0.945	49	0.124	51	45
Pyrolyse*+ID	Man. P	0.979	102	0.979	49	0.979	51	45
Pyrolyse + ID*	Man. I	0.624	102	0.715	49	0.526	51	45
Pyrolyse*+ID	Mes. P	0.972	102	0.979	49	0.961	51	83
Pyrolyse + ID*	Mes. I	0.556	102	0.892	49	0.335	51	83
Pyrolyse*+ID	Mes. P	0.962	102	0.986	49	0.952	51	83
Pyrolyse + ID*	Mes. I	0.639	102	0.751	49	0.543	51	83
Pyrolyse*+ID	Man. + mes. P	0.997	102	0.998	49	0.995	51	167
Pyrolyse + ID*	Man. + mes. I	0.512	102	0.993	49	0.201	51	167
Pyrolyse*+ID	Man. + mes. P	0.981	102	0.983	49	0.979	51	167
Pyrolyse + ID*	Man. + mes. I	0.603	102	0.678	49	0.526	51	167

\* : Indique que le réseau choisi a convergé en premier en fonction de la variable étoilée.

\*\* : Indique que les critères ont été calculés pour la fraction massique de charge réelle ou pyrolyse (P) ou pour l'indice de dispersion (I).

\*\*\* : Le R2 calculé ici n'est pas le coefficient de détermination comme à l'annexe H mais le coefficient de corrélation linéaire.

DDLRL : degrés de liberté calculé par la régression linéaire

DDLNL : degrés de liberté calculé par l'équation 7.22

P : Indique que les valeurs sont calculées pour vérifier la correspondance entre les concentrations de charge calculées à l'aide du réseau à deux sorties et les valeurs réelles.

I : Indique que les valeurs sont calculées pour vérifier la correspondance entre les indices de dispersion calculées à l'aide du réseau à deux sorties et les valeurs réelles.